

368728

27 FEB 1971



P.- 41.904

Case 66:702

Memoria descriptiva

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE	B-29
SUBCLASE	C

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de SINCLAIR-KOPPERS COMPANY

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 440 College Park Drive, Monroeville, Pensilvania, Estados Unidos de América.

por: "PROCEDIMIENTO PARA EXPANSIONAR PARCIALMENTE PARTICULAS DE POLIMERO FINAMENTE DIVIDIDAS CAPACES DE FORMAR ESPUMA"

(Clase Internacional B29c)

21.2.71

24



368728

5 En la producción convencional de poliestireno capaz de formar espuma o de expansionarse, las partículas expansionables se exponen a la acción del vapor de agua de la atmósfera, tal como se describe en la Patente de los Estados Unidos Núm. 3.023.175. El contacto con vapor de agua ocasiona la volatización parcial del agente de soplado hidrocarburaado y produce partículas de polímero finamente divididas incompletamente expansionadas. Tal pre-expansión da por resultado la necesidad de envejecer las perlas durante períodos prolongados de tiempo, del orden de un período de tiempo de veinticuatro horas, antes de su empleo en el moldeo de artículos de espuma, o de lo contrario se produciría en el molde una formación irregular de espuma.

10 Tal pre-expansión convencional es ineficiente en el sentido de que el tiempo de contacto de las perlas con el vapor de agua varía extensamente en un pre-expansionador, y la exposición excesiva conduce a pérdida de materias volátiles en diferentes proporciones para diferentes cantidades de perlas. Asimismo, la densidad mínima que es prácticamente alcanzable en un ciclo sencillo de soplado previo es del orden de aproximadamente 16 gramos por litro.

15 Se ha encontrado ahora que siguiendo la presente invención, polímerosexpansionables pueden expansionarse parcialmente en ausencia de vapor de agua, requiriendo así poco o ningún tiempo de secado. La presente invención proporciona medios para un fácil control de la densidad del producto pre-soplado, con los consiguientes gradientes de densidad mejorados en los artículos producidos a partir del material pre-soplado, y sorprendentemente una

368728



5 disminución en el tiempo de enfriamiento para artículos moldeados a partir del material pre-soplado fresco preparado por la presente invención. En adición a esto, la presente invención puede utilizarse para preparar un material pre-soplado de densidad extraordinariamente baja, del orden de 6,4 a 12 gramos por litro, hasta ahora inalcanzable por un ciclo sencillo de pre-soplado empleando procedimientos convencionales.

10 Las partículas de polímero diminutas capaces de formar espuma, que contienen un agente de soplado alifático, se pre-expansionan a una densidad predeterminada por calentamiento de las partículas en un recipiente cerrado, bajo, agitación en una atmósfera prácticamente seca, hasta una temperatura lo bastante alta para reblandecer las partículas de polímero y ocasionar una volatilización parcial del hidrocarburo de las partículas. Las partículas calientes agitadas se someten luego a un vacío, dentro del recipiente cerrado, durante un período de tiempo suficiente para expansionar las partículas a la densidad deseada, se suprime el vacío y se sacan las partículas del recipiente. Para producir densidades ultrabajas, comprendidas aproximadamente entre 6,4 y 12 gramos por litro, un refrigerante, tal como agua, se inyecta en el recipiente a continuación de la expansión deseada, pero antes de la supresión del vacío,

25 El aparato adecuado para la pre-expansión comprende un recipiente cerrado para confinar las partículas extremadamente pequeñas del polímero en una atmósfera prácticamente seca, un dispositivo de carga para alimentar las partículas de polímero al recipiente cerrado, medios de agitación y de calentamiento, y una fuente de vacío para

368728

2A



5 someter las partículas agitadas y calientes al vacío. Se proveen también medios para suprimir el vacío y para descargar las partículas pre-expansionadas del recinto cerrado. Para producir partículas de densidad ultra-baja, se precisa un dispositivo de carga para alimentar la cantidad deseada de refrigerante al recipiente antes de la supresión del vacío.

La Figura 1 es una ilustración esquemática del nuevo procedimiento de la presente invención.

10 La Figura 2 es un diagrama de flujo del nuevo procedimiento de la presente invención, que ilustra el método por el cual se produce el material pre-soplado de densidad ultra-baja.

15 La Figura 3 es una ilustración gráfica del efecto de la expansión en presencia del vacío, comparado con la expansión sin presencia de vacío.

La Figura 4 es una ilustración gráfica del efecto del grado del vacío presente durante el procedimiento de la presente invención.

20 La Figura 5 ilustra gráficamente el efecto de la adición de un refrigerante al recipiente, antes de la supresión del vacío, con producción de un material pre-soplado de una densidad tan baja como 6,4 gramos por litro.

25 La Figura 6 es una ilustración gráfica del efecto de la cantidad de refrigerante, en este caso agua, añadida al recipiente para producir un material pre-soplado de densidad ultra-baja.

30 La Figura 7 ilustra gráficamente el efecto de variar el tiempo de precalentamiento antes del vacío sobre la densidad del producto.

368728



El aparato de la presente invención se ilustra esquemáticamente en la Figura 1. Representado en ella se vé un recipiente cerrado 1, y en el mismo un mezclador de cinta cilíndrico dispuesto horizontalmente, con medios de agitación 3. Para impedir el pegado o amontonamiento de las perlas reblandecidas pre-expansionadas, durante el período de calentamiento, el recipiente se puede recubrir por su interior 5 con un material adecuado tal como Teflón.®

El recipiente 1 tiene unido al mismo un dispositivo de alimentación para la carga del polímero en partículas diminutas al recipiente. La alimentación de perlas fresca debe dosificarse de tal manera que la carga, cuando se expansiona por completo a la densidad deseada dé un volumen de material pre-soplado menor (aproximadamente 85%) que el volumen interior del expansionador. Esto impide la posibilidad de atascamiento del expansionador y la fusión de las perlas en una masa esponjosa. El dispositivo de alimentación comprende en este caso una tolva 13 para las partículas de polímero. Las partículas fluyen desde la tolva 13 a través de la tubería 15 y la válvula 17 a una cámara de alimentación volumétrica 19 que controlará la cantidad de partículas que se carga el recipiente 1. Desde la cámara 19, las perlas fluyen a través de la tubería 21 y la válvula 23 a la tubería 25, y entran en el recipiente por la abertura 29. En el aparato representado, las partículas se alimentan por gravedad, aunque pueden utilizarse otros medios de alimentación de las partículas.

Las partículas se agitan en el recipiente 1 por el dispositivo de agitación 3, en este caso un mezcla-

368728



5 dor de cinta. El dispositivo de agitación no es crítico, pero es imperativo que debe proveerse agitación para el polímero en partículas diminutas, a fin de impedir el aplotanamiento o pegado de las perlas reblandecidas durante la pre-expansión.

10 Las partículas, en el recipiente 1, se calientan luego por conducción mediante el empleo de una camisa de vapor de agua 7, ó un baño de calentamiento, que calienta el exterior del recipiente 1 y por conductividad, las partículas agitadas del polímero expansionable. El interior del recipiente se mantiene así seco y las partículas se calientan en una atmósfera prácticamente seca.

15 Cuando las partículas de polímero agitadas se han calentado a la temperatura deseada, comprendida generalmente dentro del intervalo que va desde 79 a 104°C para el poliestireno expansionable, la fuente de vacío 41 se activa a fin de producir un vacío en el recipiente 1. La fuente de vacío 41, tal como una bomba de vacío convencional, se conecta con el recipiente por la abertura 33 por medio de la tubería 35, que lleva insertadas válvulas 37 y 39 y un manómetro 40 para controlar mejor la magnitud del vacío.

25 Asimismo, en la tubería 35 existe una brida 31 que impide la entrada de perlas en la tubería 35 procedentes del recipiente 1 cuando se activa la fuente de vacío. Se ha encontrado que el empleo de una sola tubería para la producción del vacío tiende a ocasionar el atascamiento de la abertura 33 y por ello es ventajoso disponer de más de una tubería para la producción del vacío en el recipiente 1. Como se ilustra, esto puede efectuarse disponiendo una tubería adicional 85 que se conecta a la tu-

368728

24



bería 25 del sistema de alimentación. Cuando ha de producirse el vacío, la válvula 23 de la tubería 25 está cerrada y el interior del recipiente 1 se someterá al vacío a través de la abertura 29, tubería 25, brida 87, y tubería 85 así como a través de la abertura 33.

5 A continuación del período de calentamiento, bajo vacío, del polímero dividido en partículas diminutas durante el cual una cantidad sustancial del agente del soplado alifático se elimina del polímero en tanto que el polímero conserva su naturaleza de división en partículas diminutas, se suprime el vacío expansionado el recipiente a la atmósfera. Esto se realiza por medio de la válvula de expansión 51, dispuesta en la tubería 55 que lleva la válvula 53 generalmente en posición cerrada. Para expansionar, la válvula 53 se abre, con lo que penetra en el sistema el aire atmosférico. Una vez expansionado el recipiente a la atmósfera, el polímero en estado finamente dividido debe sacarse del recipiente 1. Para efectuar la evacuación, se provee una fuente de aire comprimido 71 que impulsa aire, a presión, por la tubería 73 para obligar al material dividido en pequeñas partículas a salir del recipiente. La válvula 37 se cierra, dejando aislada la fuente de vacío 41, y se inyecta aire por la tubería 73, pasando a la tubería 75 y de aquí, a través de la válvula abierta 77 y la tubería 55, en la que está instalado un manómetro 57, a la brida 59 y, pasando por la abertura 61, al interior del recipiente 1. Asimismo, se inyecta el aire desde la tubería 73, con el manómetro 81, pasando por la válvula abierta 83 a la tubería 89, luego a la tubería 35 y de aquí, a través de la brida 31 y la abertura 33, al



368728

interior del recipiente 1. Además, se inyecta aire desde la tubería 73 a la tubería 85, y pasará parcialmente a la tubería 35, y en parte también a través de la tubería 85 y brida 87 a la tubería 25 (estando cerrada la válvula 23 de la tubería 25), hasta llegar a la abertura 39 y entrar en el recipiente 1. La previsión de medios para que se pueda hacer pasar aire a presión a través de las bridas 59 y 31 elimina el peligro de que dichas bridas lleguen a ser obstruidas por el polímero.

10 Cuando se introduce el aire a presión en el recipiente 1, la válvula 103, que está abierta, permitirá el paso del aire y del polímero pre-expansionado en partículas diminutas a través de la tubería 101 y la válvula 103 y su entrada en un depósito de recepción 105, del cual se saca por la tubería 107 a una instalación de almacenamiento, o si se desea a un aparato de moldeo directamente.

15 También se dispone sobre el recipiente, por razones de seguridad, una válvula de expansión 115, conectada por mediación de la brida 113 y la tubería 111.

20 En la producción de material pre-soplado de densidad ultra-baja, cuando se inyecta un refrigerante en el recipiente cerrado 1, antes de la supresión del vacío, como se describe con más detalle (más adelante) se provee un alimentador 91, estando conectado dicho alimentador 91 al recipiente 1 por medio de la tubería 93, teniendo la válvula 97 y el manómetro 95 sobre la misma y la abertura 99. El alimentador 91 se adapta de tal manera que permite la alimentación o aporte de un refrigerante, tal como agua u otro refrigerante, al recipiente mientras que dicho

25

30 recipiente se halla bajo vacío.



368728

El procedimiento de la presente invención es útil para producir partículas de polímero expansionables de densidades convencionales o de densidad ultra-baja. Estas perlas parcialmente expansionadas, convencionalmente denominadas material pre-soplado, son perlas expansionadas a una densidad generalmente comparable con la del artículo moldeado producido cuando tales perlas se funden convirtiéndolas en un artículo por métodos de moldeo convencionales.

El material polímero dividido en partículas diminutas capaz de producir espuma, que puede pre-expansionarse por los presentes procedimientos y aparato comprende homopolímeros y copolímeros derivados de monómeros vinílicos, con inclusión de estireno, cloruro de vinilo, divinilbenceno, alfametilestireno, dimetilestirenos sustituidos en el núcleo, vinil naftalenos, etcétera. Son especialmente adecuados el poliestireno y los copolímeros de poliestireno con monómeros tales como alfa-metilestireno, divinilbenceno, butadieno, isobutileno, y acrilonitrilo, teniendo aproximadamente 50% ó más de estireno contenido en los mismos. Estos materiales capaces de formar espuma llevan incorporado en su masa, como agente expansionador, un hidrocarburo volátil alifático o cicloalifático, que tiene de 1 a 7 átomos de carbono en la molécula, tal como metano, etano, propano, butano, pentano, hexano, heptano, éter de petróleo, ciclopentano, ciclohexano, ciclopentadieno, y sus derivados halogenados que tienen un punto de ebullición inferior al punto de reblandecimiento del polímero tales como dicloroetileno, cloruro de isopropilo, cloruro de metilo, diclorocetano, diclorodifluorometano, et-

24 JUN



368728

5 cétera. Otros agentes de soplado apropiados son acetona, metanol, acetato de metilo, acetato de etilo, formiato de metilo, formiato de etilo, aldehido propiónico, éter dipropílico, etcétera, y mezclas de los mismos que tienen un punto de ebullición inferior al punto de reblandecimiento del polímero. El agente expansionador está presente generalmente en una cantidad de 3-15 partes en peso referido al polímero.

10 Las partículas de polímero finamente dividido capaz de formar espuma se gargan en un recipiente cerrado adaptado para que se efectúe el vacío en su interior por medio de una bomba de vacío, y se someten a agitación y calentamiento. La agitación se proporciona en tal grado que produzca el movimiento de las partículas de polímero finamente divididas unas con relación a otras, a fin de
15 impedir que las partículas se peguen unas a otras o se aglomeren cuando dichas partículas se hallan en estado caliente y reblandecidas.

20 Tal agitación guarda relación, por supuesto, con la cantidad de perlas cargadas, con el polímero finamente dividido de que se trate y con otras condiciones del procedimiento. La atmósfera que rodea las perlas debe estar prácticamente seca, esto es, libre de vapor de agua añadido y de otros vapores tales como los utilizados en
25 procedimientos de expansión convencionales.

La temperatura empleada en el procedimiento de expansión dependerá también del tipo de polímero que se elabora. Para partículas expansionables de homopolietireno, el calentamiento hasta una temperatura en general
30 de aproximadamente 79-82°C reblandecerá el polímero, y tem-

24



368728

peraturas de hasta aproximadamente 99-104°C o superiores pueden utilizarse con tal que se disponga de medios suficientes de agitación y de valores adecuados de otras variables del procedimiento.

5 El tiempo durante el cual las partículas de polímero subdivididas finamente se someten a calentamiento antes de producir un vacío y el tiempo durante el cual se mantienen bajo la influencia del vacío dependen también de la temperatura, tipo de polímero, contenido volátil de las perlas y otras variables del procedimiento. Un aumento
10 to en el tiempo de precalentamiento hace disminuir en general la densidad final del material pre-soplado con tal que las restantes variables del procedimiento se mantengan constantes.

15 A continuación del período de pre-calentamiento deseado, las partículas calientes agitadas se someten al vacío. El grado de vacío deseable para cualquier densidad de polímero particular dependen también de la relación temperatura-tiempo para cualquier tipo de polímero.
20 Se ha encontrado que si se mantienen constantes otras variables, el aumento del grado de vacío aplicado hace disminuir la densidad del material pre-soplado. Se ha encontrado que un grado de vacío especialmente deseable es un vacío del orden de 25 a 62,5 cm. de mercurio aproximadamente,
25 te, aunque pueden utilizarse grados algo mayores o más pequeños.

30 Para producir un material pre-soplado de densidad ultra-baja, del orden de 6,4 a 12 gramos por litro, es necesario que se elimine el aplastamiento de las perlas o la contracción del material pre-soplado. Esto se logra



368728

por el presente procedimiento que añade un refrigerante al pre-expansionador, mientras que las perlas expansionadas calientes se someten al vacío, una vez que las perlas están ya expansionadas completamente o casi por completo.

5 El fenómeno físico que se produce puede ser el resultado del enfriamiento de la superficie del material pre-soplado, que por consiguiente hace que las celdillas superficiales se endurezcan antes de que pueda producirse la contracción. El refrigerante preferido es el agua, debido a su

10 fácil disponibilidad y a consideraciones económicas, aunque podrían utilizarse otros refrigerantes siempre que produjesen el efecto de enfriamiento deseado sobre el material pre-soplado en su estado calentado y mientras se halla bajo la influencia del vacío.

15 La cantidad de refrigerante, preferiblemente agua, que se añade al recipiente cerrado mientras que las perlas calentadas están sometidas todavía al vacío, puede variar con relación a la cantidad de perlas en el recipiente y al tamaño del recipiente. La cantidad de refrigerante

20 debe ser tal que, en estado de vapor, haya suficiente refrigerante para ocupar el volumen del recipiente a la temperatura y grado de vacío reinantes. Cuando se utiliza agua, ésta se determina calculando la cantidad de agua que se convertirá en vapor a la temperatura y grado de

25 vacío que se utilizan en particular. Esta cantidad de agua, aunque se añade a las perlas, no da lugar a un material pre-soplado húmedo, sino que dicho material pre-soplado, cuando se retira el recipiente, estará seco al tacto. Una cantidad excesiva de agua podría producir un

30 material pre-soplado húmedo, mientras que una cantidad dema-



368728

siado pequeña de agua no produciría el enfriamiento de las superficies de la totalidad de las perlas y el mantenimiento de la densidad ultra-baja.

Los ejemplos que siguen ilustran ulteriormente la presente invención.

EJEMPLO I

Como ejemplo del presente procedimiento, un prototipo de 94,5 litros de capacidad del aparato de la presente invención se utilizó para pre-expansionar perlas de poliestireno expansionables. El aparato consistía en un mezclador de cinta, horizontal y cilíndrico, de 94,5 litros, diseñado para su conexión a un sistema de vacío y encamisado para calentamiento por vapor de agua a presiones de hasta 7 kg./cm^2 , en líneas generales como se ilustra en la Figura 1. El recipiente de 94,5 litros tenía un recubrimiento interior de Teflón[®] para reducir el pegado de las perlas calientes a las paredes interiores.

Las velocidades de agitación utilizables con el prototipo oscilaban entre 60 y 280 rpm. La fuente de vacío fué una bomba (Nash C1-203) que permitía la aplicación de un vacío de 62,5 cm. de Hg aproximadamente en el recipiente en el espacio de 5-7 segundos. El recipiente estaba equipado también con un alimentador para el aporte de una cantidad controlada de agua que actuase como refrigerante y produjera un material pre-soplado de densidad ultra-baja.

Se produjeron una serie de expansiones de material pre-soplado en el prototipo de 94,5 litros para mostrar el efecto del vacío sobre la densidad final en contras-



te con polímeros divididos en finas partículas expansiona-
dos sin someterlos a un vacío. El polímero finamente di-
vidido consistía en perlas de poliestireno expansionable
Dylite (F-40-B), que contenían 6,4% de n-pentano como agen-
5 te expansionador. Se cargaron 454 gramos de perlas al re-
cipiente y se hizo pasar por la camisa de éste vapor de
agua a una presión de 0,91 kg/cm² manométricos (aprox. 118°C)
Esta temperatura de la camisa de vapor es suficiente para
proporcionar una temperatura en el interior del recipien-
10 te aproximadamente 11-17°C más baja que la de la camisa.
En una serie de experimentos (A), se calentaron las perlas
durante el período de tiempo deseado en el recipiente sin
aplicación de vacío, se mantuvieron en el mismo el tiempo
deseado y se descargaron del recipiente. En una segunda
15 serie de experimentos (B), las perlas se calentaron y se
sometieron a un vacío igual a 62,5 cm. de mercurio, y a
continuación se suprimió el vacío durante un período de
10 segundos, seguido por la descarga de las perlas. Se
realizó una tercera serie de experimentos (C), idéntica
20 a la segunda serie y se suprimió el vacío durante un pe-
ríodo de tiempo de 15 segundos. Los resultados de las
tres series de experimentos anteriores se ilustran gráfi-
camente en la Figura 3. Como se deduce de los resultados
el empleo de un vacío durante la expansión del material
25 finamente dividido capaz de formar espuma da por resulta-
do la producción de un material pre-soplado de una densidad
menor que cuando no se utiliza vacío. Asimismo, un lige-
ro aumento en el tiempo de supresión del vacío produce
también un cierto efecto en la prevención del aplastamien-
30 to del material pre-soplado con una menor densidad resul-

368728



tante del producto pre-soplado.

EJEMPLO II

5 Como se muestra gráficamente en la Figura 4,
el grado de vacío produce también cierto efecto sobre la
densidad del material pre-soplado final mientras se man-
tienen constantes otras condiciones. El aparato, la cali-
dad y la cantidad de perlas expansionables utilizadas en
10 el Ejemplo I se emplearon en las siguientes condiciones:
presión de la camisa de vapor, 0,84 kg/cm² manométricos
(aprox. 118°C); tiempo de calentamiento antes de la apli-
cación del vacío, 60 segundos; tiempo para la expansión
del recipiente a la atmósfera, 25 segundos. Como se mues-
15 tra por los resultados, ilustrados en la Figura 4, se ha
encontrado que la densidad final del material pre-soplado
parcialmente expansionado disminuye linealmente a medida
que aumenta el grado de vacío aplicado.

20 Para la producción de polímeros finamente di-
vididos parcialmente expansionados y de densidad ultra-ba-
ja, se ha encontrado que cuando se utiliza vacío en la ex-
pansión, debe añadirse un refrigerante, tal como agua,
al recipiente cerrado en un momento posterior al calenta-
miento y a la producción de la expansión deseada, pero an-
25 tes de la supresión del vacío. Se observa que aunque las
partículas finamente divididas pueden expansionarse hasta
densidades muy bajas en el recipiente, al exponerlas al
aire, por expansión del recipiente a la atmósfera, se pro-
duce una contracción o aplastamiento que aumenta la densi-
30 dad del producto. Así, la densidad real del material pre-



24

368728

soplado descargado sería mayor de 16 gramos por litro aproximadamente. En cambio, se han obtenido densidades de producto tan bajas como 6,4 gramos/litro por el procedimiento de la presente invención, en el que se añade un refrigerante antes de la supresión del vacío. Dado que la temperatura de saturación del vapor de agua a un vacío de 37,5-62,5 cm. de mercurio es más baja que la correspondiente a las condiciones atmosféricas, y más baja también que la temperatura del material pre-soplado en el recipiente, el vapor de agua enfría la superficie del material pre-soplado y probablemente hace que las celdillas superficiales se endurezcan antes que pueda producirse ninguna contracción importante.

15

EJEMPLO III

El efecto de la adición de agua al recipiente después del calentamiento del material pre-soplado y de la expansión bajo vacío, pero antes de la supresión del vacío, se ilustra en la Figura 5. En dicha Figura 5, se representa gráficamente una comparación de ciclos de expansión idénticas, siendo la única diferencia que uno de ellos (A) incorpora la adición de agua por la que se reduce la contracción del material pre-soplado. La segunda curva (B) muestra la densidad resultante de la expansión del material pre-soplado sin adición de agua. El aparato utilizado fué el descrito en el ejemplo I, utilizando calentamiento por vapor de agua a una presión en la camisa de 1,26 kg/cm² manométricos (aprox. 124°C); 454 gramos de perlas de poliestireno expansionable Dylite (6,6% de pentano);

18.6.69

- 16 -



368728

un vacío de 55 cm. de mercurio; y mantenimiento del vacío durante un período de 30 segundos. En los experimentos que representa la curva B, se añadieron 30 ml. de agua una vez transcurridos los 30 segundos de tiempo de retención del vacío (incluido el tiempo de aspiración del vacío), añadiéndose el agua durante un período de tiempo de 20 segundos. El gráfico ilustra que en las mismas condiciones, utilizando una adición de agua controlada, la densidad del producto pre-soplado puede reducirse apreciablemente; por ejemplo, con un tiempo de precalentamiento de 120 segundos, se obtiene una densidad de 16,8 frente a una densidad de 26,4 g./lt.

EJEMPLO IV

Se llevó a cabo una serie de experimentos para determinar el efecto de la adición de diferentes cantidades de agua al procedimiento de pre-expansión bajo vacío de la invención, antes de la supresión del vacío. Para cada uso, el aparato utilizado en el Ejemplo III se cargó con cantidades de 454 gramos de perlas de poliestireno expansionable Dylite (6,95% de pentano). La presión utilizada en la camisa de vapor de agua fué de 1.19 kg/cm² manométricas (aprox. 121°C). En cada operación, se precalentó la carga durante 60 segundos, se aplicó un vacío de 55 cm. de mercurio, y se mantuvo el mismo durante 30 segundos, añadiéndose luego el agua (cantidades variables) durante 20 segundos y expansionándose el recipiente a la atmósfera durante 15 segundos. Como puede verse examinando la Figura 6, la cantidad de agua añadida al pre-expan-

368728

24 JUL



5 sionador, antes de la supresión del vacío, afecta a la densidad final del material pre-soplado. Se observa que la cantidad de agua es proporcional al volumen del recipiente (en este caso 94,5 litros) más bien que el volumen de la carga de perlas al recipiente, y que se alcanza un límite superior pasado el cual el agua tiene poco o ningún efecto sobre la densidad del producto. Por ejemplo, empleando el prototipo de 94,5 litros, la adición de más de 100 ml. de agua aproximadamente no tiene efecto apreciable sobre el producto.

EJEMPLO V

15 Prolongando el tiempo del período de precalentamiento, con otras condiciones constantes, la densidad del producto pre-soplado puede reducirse adicionalmente. Esto muestra en la Figura 7, que es una ilustración gráfica de una serie de experimentos empleando el aparato, las cargas de poliestireno expansionable y la temperatura de expansión del ejemplo IV, con variación en los tiempos de precalentamiento. Pasado el tiempo de precalentamiento, se aplicó un vacío de 55 cm. de mercurio y se mantuvo durante 30 segundos,; se añadieron 40 ml. de agua al recipiente durante 30 segundos, y se expansionó el recipiente a la atmósfera durante un período de 20 segundos.

EJEMPLO VI

30 Se efectuó una serie de moldeos empleando material pre-soplado reciente procedente de un procedimiento

368728

24 Ju



de expansión con vapor de agua como el descrito en la Pa-
 tente de los Estados Unidos 3.023.175 concedida a Rodman,
 y material pre-soplado reciente preparado en líneas gene-
 rales de acuerdo con el nuevo procedimiento de vacío del
 Ejemplo I. En todos los casos se emplearon muestras de
 perlas nuevas idénticas, a fines de comparación. Se mol-
 dearon discos de 20 cm. de diámetro por 10 cm. de espesor
 en condiciones idénticas, en una prensa. Los resultados
 se presentan en la Tabla I y fueron los siguientes:

TABLA I

Expe- rimen- to	Método de Expan- sión	Densi- dad (g./lt)	Condiciones de Moldeo		Ciclo de Enfria- mien- to (min)
			Presión en el	Cabezal Contrapresión	
A	Vapor de agua	32	30	20	11,0
	Ejem- plo I	32	30	20	6,0
B	Vapor de agua	32	28	20	12,0
	Ejem- plo I	32	28	20	6,5
C	Vapor de agua	33,6	25	20	15,0
	Ejem- plo I	33,6	25	20	5,5

368728

2



La fusión del material pre-soplado preparado de acuerdo con el Ejemplo I fué tan satisfactoria o mejor que la de las piezas moldeadas expansionadas con vapor de agua. Como puede verse observando los resultados, el material pre-soplado preparado de acuerdo con la presente invención, cuando es recientemente moldeado, da lugar a una reducción de 50-60% en el ciclo de enfriamiento comparado con el material pre-soplado expansionado con vapor de agua, recientemente moldeado, de la misma densidad.

EJEMPLO VII

Se realizaron experimentos para comparar el gradiente de densidad de bloques moldeados formados a partir de material pre-soplado preparado por el presente procedimiento, con el gradiente de densidad de bloques moldeados formados a partir de material pre-soplado expansionado con vapor de agua, de acuerdo con la Patente de los Estados Unidos 3.023.175. Para determinar el gradiente de densidad, se moldearon tochos a partir del poliestireno expansionable (Dylite F-40B) en las mismas condiciones de moldeo y se preparó un corte central de los tochos de 5 cm. x 42,7 cm. Una sección de 6,35 mm, de espesor que incluía las capas superficiales se cortó a sierra del extremo superior y del extremo inferior del corte central separado. El resto de la pieza se cortó en muestras de 2,5 cm. de espesor. Se pesaron todas las partes y se sumergieron seguidamente en una probeta graduada de agua. Se anotaron los desplazamientos en centímetros cúbicos de agua, y se calcularon las densidades en gramos por litro. Se

18.6.69

368728

24 J



comparó una muestra moldeada (A) de 10,9 g/lt, preparada de acuerdo con la presente invención, con una muestra (B) de 17,1 g/lt (aproximadamente la densidad mínima obtenible) procedente de material pre-soplado expansionado con vapor de agua. Los resultados de las determinaciones de densidad se dan en la Tabla II.

		<u>Tabla II</u>	
		A	B
10	Densidad del Material Pre-soplado (g/lt.)	10,9	17,1
	Capa Superficial del Extremo Superior	<u>Gradiente de Densidad (g/lt.)</u>	
		25,0	31,6
	1	13,5	21,8
	2	12,0	18,3
15	3	12,5	17,8
	4	12,3	17,8
	5	12,3	18,1
	6	12,8	18,4
	7	13,0	19,1
20	9	12,0	17,9
	10	11,7	17,1
	11	11,7	17,3
	12	12,3	20,7
	13	14,9	17,1
25	Capa Superficial del Extremo Inferior	21,9	24,5

Como puede verse a partir de los resultados, el gradiente de densidad de las muestras moldeadas fabricadas a partir de material pre-soplado preparado por la pre-

368728

24



sente invención, es mucho más uniforme que el de una muestra moldeada fabricada a partir de material pre-soplado convencional, expansionado con vapor de agua.

5 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América con fecha 7 de Octubre de 1.968, bajo el número 765.342 se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

15

20 Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

25 1.- Procedimiento para expansionar parcialmente partículas de polímero finamente divididas capaces de formar espuma, que contienen un agente de soplado alifático que tiene un punto de ebullición inferior al punto de reblandecimiento de dicho polímero, hasta alcanzar una densidad predeterminada, siendo capaces dichas partículas de 30 ulterior expansión, que comprende: calentar dichas partículas bajo agitación, en un recipiente cerrado y en atmósfera prácticamente seca, hasta una temperatura lo suficien-

18.6.69

368728

27 FEB



5 temente alta para reblandecer las partículas de polímero
y ocasionar la volatilización parcial del hidrocarburo
alifático a partir de dichas partículas; someter dichas
partículas calentadas y agitadas en dicho recipiente ce-
rrado a un vacío durante un tiempo predeterminado para
expansionar parcialmente dichas partículas hasta dicha den-
sidad predeterminada; y finalmente suprimir dicho vacío
y sacar dichas partículas de polímero capaces de formar
espuma finamente divididas, parcialmente expansionadas,
10 de dicho espacio.

2.- El procedimiento de la reivindicación 1,
en el que, después que dichas partículas calentadas y agi-
tadas se han calentado en dicho recipiente cerrado duran-
te dicho período predeterminado de tiempo, pero antes de
15 la supresión de dicho vacío, se inyecta en dicho espacio
cerrado una cantidad controlada de un refrigerante.

3.- El procedimiento de la reivindicación 2,
en el que dicho refrigerante es agua.

4.- El procedimiento de la reivindicación 1,
20 en el que dicho polímero es poliestireno.

5.- Un procedimiento para expansionar parcial-
mente partículas de poliestireno finamente divididas ca-
paces de formar espuma, que contienen un agente de soplado
alifático que tiene un punto de ebullición inferior al pun-
25 to de reblandecimiento de dicho poliestireno, hasta alcan-
zar una densidad predeterminada, siendo capaces dichas
partículas de ulterior expansión, que comprende: calentar
dichas partículas bajo agitación, en un recipiente cerrado
y en una atmósfera prácticamente seca, hasta una tempera-
30 tura lo suficientemente alta para reblandecer las partícu-



360728

5 las de polímero y producir la volatización parcial del hidrocarburo alifático a partir de dichas partículas; someter dichas partículas calentadas y agitadas en dicho recipiente cerrado a un vacío durante un período de tiempo pre determinado para expansionar parcialmente dichas partículas hasta alcanzar dicha densidad predeterminada; y finalmente, suprimir dicho vacío y retirar dichas partículas de poliestireno capaces de formar espuma finamente divididas, parcialmente expansionadas, de dicho espacio.

10 6.- Un procedimiento para expansionar parcialmente partículas de polímero finamente divididas, capaces de formar espuma, que contienen un agente de soplado alifático que tiene un punto de ebullición inferior al punto de reblandecimiento de dicho polímero, hasta alcanzar una
15 densidad predeterminada inferior aproximadamente a 12 gramos por litro, siendo capaces dichas partículas de ulterior expansión, y que comprende: calentar dichas partículas bajo agitación, en un recipiente cerrado y en una atmósfera prácticamente seca, hasta una temperatura lo suficientemente
20 alta para reblandecer las partículas de polímero y ocasionar la volatización parcial del hidrocarburo alifático de dichas partículas; someter dichas partículas calentadas y agitadas en dicho recipiente cerrado a un vacío durante un período predeterminado de tiempo para expansionar
25 parcialmente dichas partículas hasta alcanzar dicha densidad predeterminada; añadir una cantidad controlada de agua a dicho recipiente; y finalmente, suprimir dicho vacío y retirar dichas partículas de polímero capaces de formar espuma finamente divididas, parcialmente expansionadas, de dicho espacio.
30



368728

7.- Procedimiento para expansionar parcialmente partículas de polímero finamente divididas capaces de formar espuma.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan, y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 27 FEB. 1971

P. A.

Alberio de Mendivil
Por Poder

21.2.71

A.A.B.

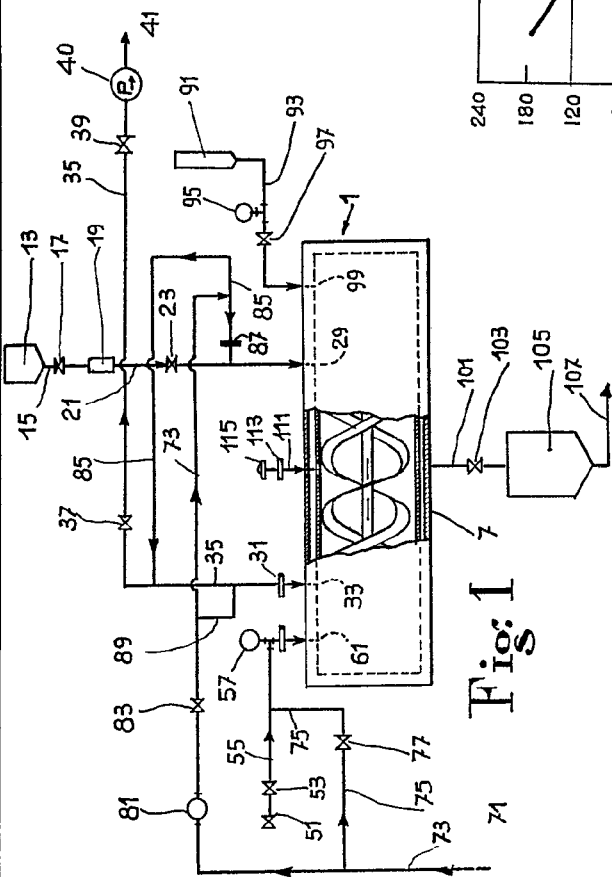


Fig: 1

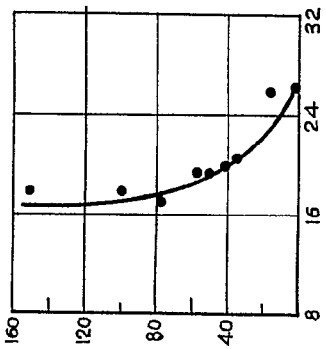


Fig: 6

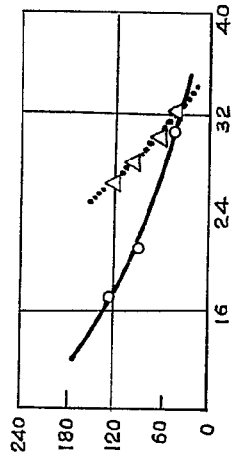


Fig: 5

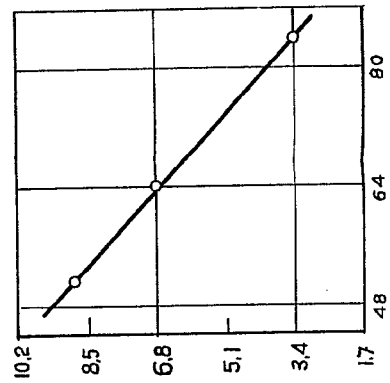


Fig: 4

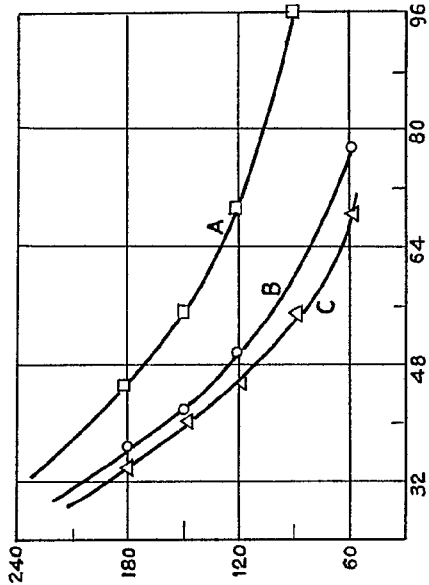


Fig: 3

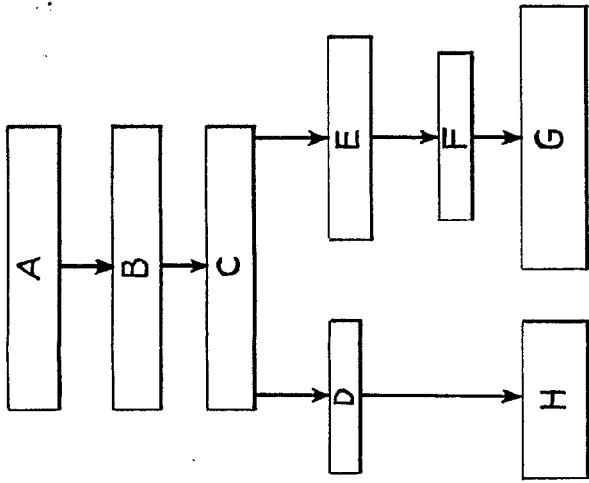


Fig: 2

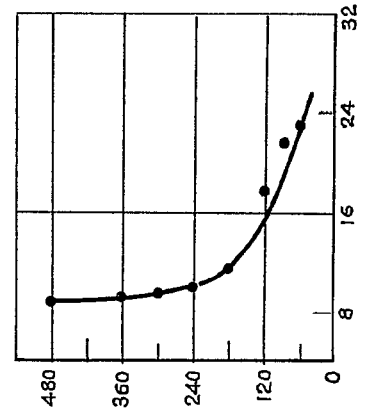


Fig: 7

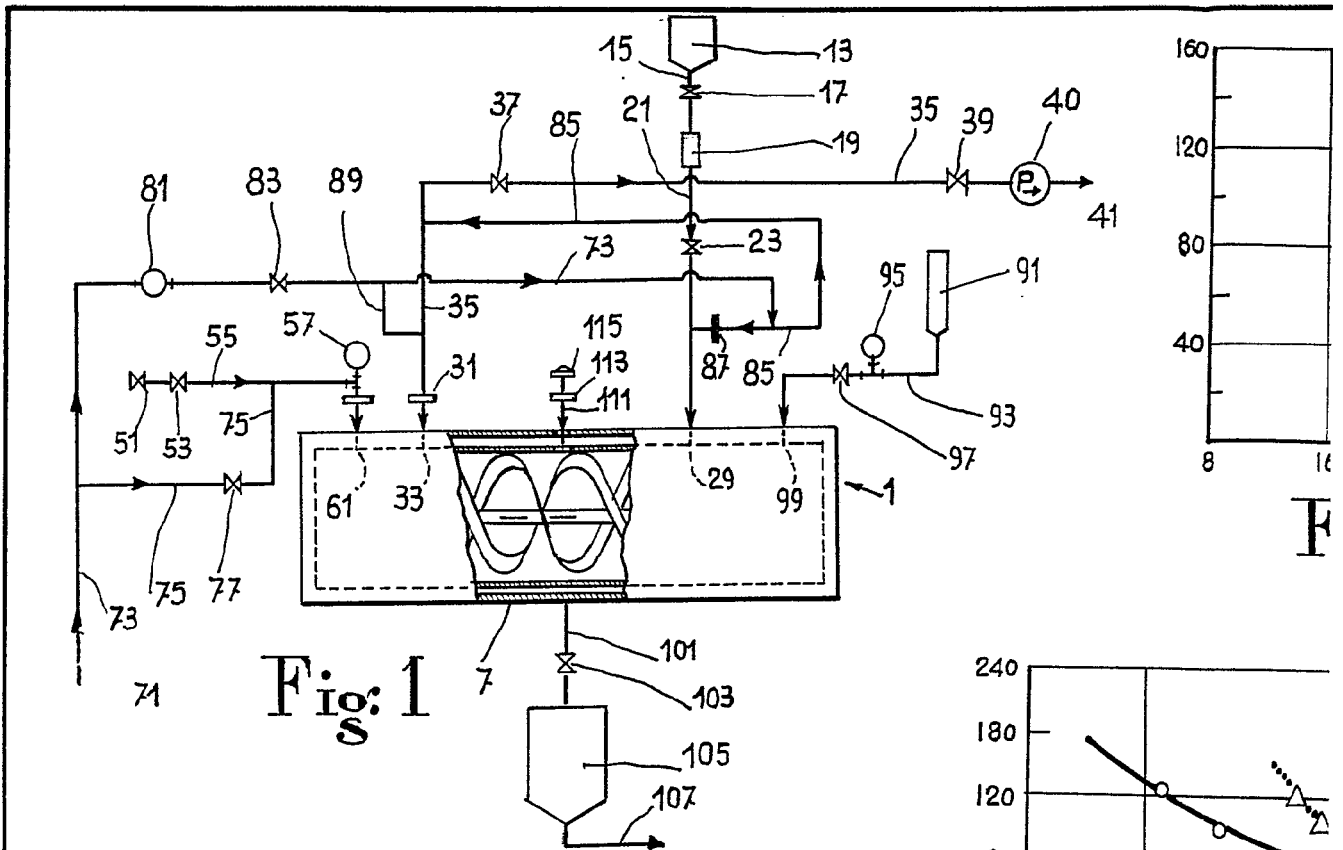


Fig: 1

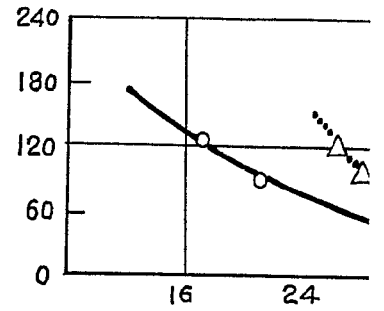
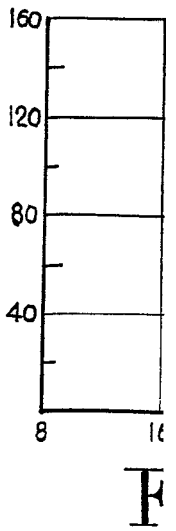


Fig: 5

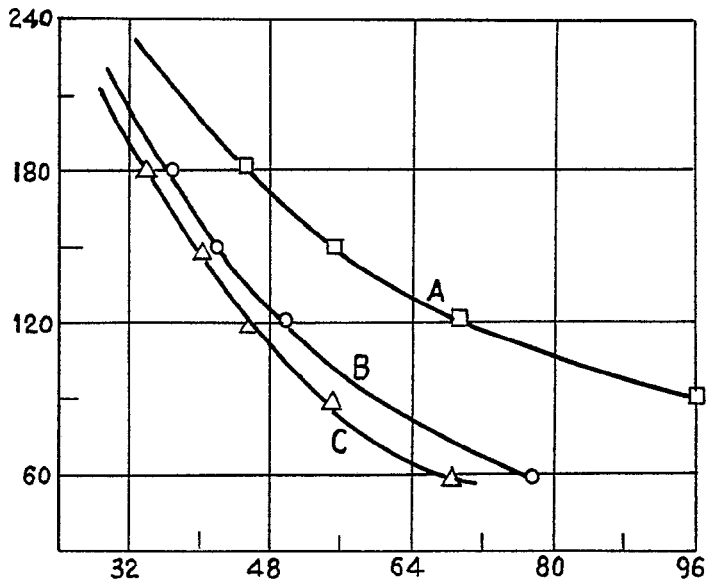
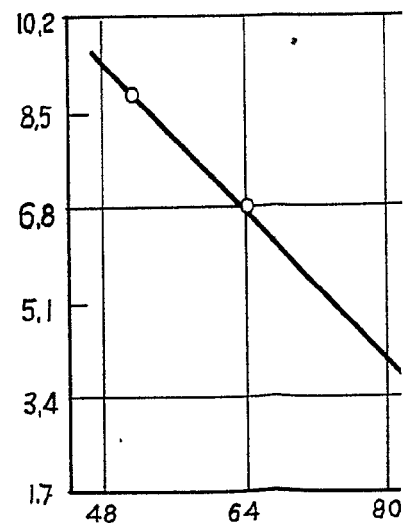


Fig: 3



ESCALA VARIABLE

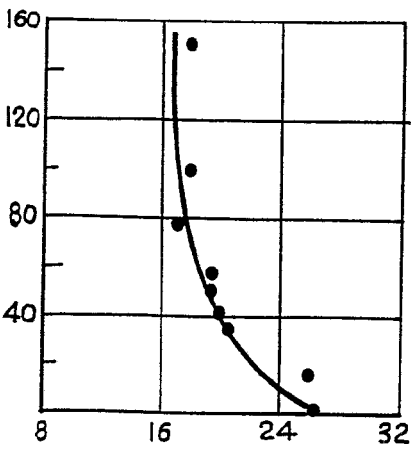


Fig: 6

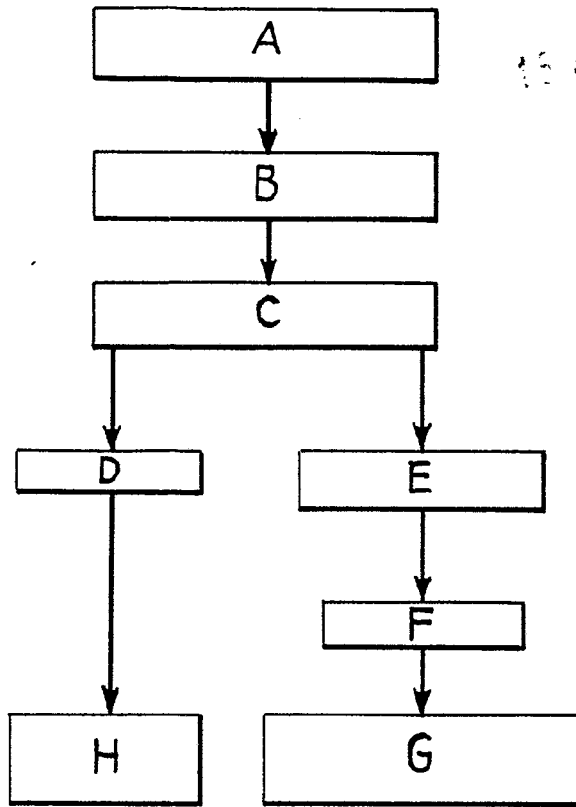


Fig: 2

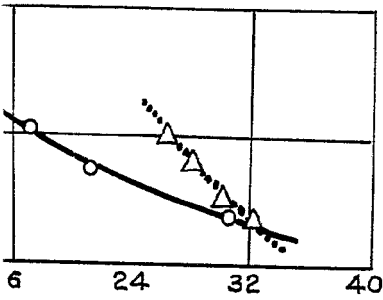


Fig: 5

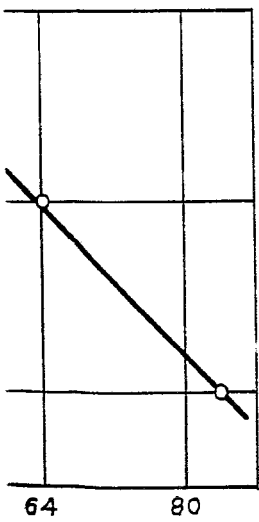


Fig: 4

Fig: 7

