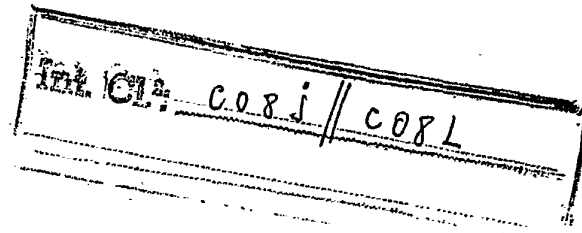


442134

PATENTE DE INVENCIÓN

Le A 16 053-Sp.



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR POLIETILENO RETICULADO

Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT., entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar polietileno reticulado que pueden ser opcionalmente espumados utilizando un agente expansionante químico.

5

Ya es conocido que el polietileno se puede

5 reticular en presencia de peróxidos orgánicos. De éste modo, se pueden mejorar las propiedades del polietileno. Desafortunadamente, éste proceso tiene la seria desventaja de que la temperatura de procesado ha de ser controlada estrictamente al objeto de evitar la reticulación prematura e incluso el espumado.

10 Asimismo, ya es conocido que sobre polietileno, en el cual los puntos radicalares han sido formados o bien por tratamiento mecánico o bien por peróxidos orgánicos, se pueden injertar silanos del tipo $R-Si-R'_3$ que pueden ser reticulados interiormente por acción de humedad en presencia de un catalizador de condensación ya presente en la masa a reticular. Cuando se usan silanos para la reticulación, es difícil someter la mezcla que contiene catalizador ya pre-
15 reticulada, a un conformado o configuración y obtener superficies satisfactorias durante el proceso de reticulación ulterior. Cuando se prepara espuma de polietileno mediante éste proceso, es imposible obtener espumas que tengan una superficie y estructura porosa satisfactorias.

20 En consecuencia, la presente invención se relaciona con un procedimiento para la producción de artículos conformados de polietileno reticulado o espuma de polietileno mezclando mecánicamente polietileno, un peróxido, un silano y opcionalmente, un agente expansionante químico y
25 conformando simultáneamente dicha mezcla y, opcionalmente espumando el artículo conformado mediante calentamiento, en donde para la reticulación, el artículo conformado se almacena antes del calentamiento en agua que contiene un catalizador de condensación silánico.

30 Silanos particularmente adecuados corresponden

a la fórmula general:



en la que R representa un grupo hidrocarburo olefinicamente insaturado con 2 a 8 átomos de carbono, tal como un grupo vinilo, etenilo, butenilo o ciclohexenilo, pero preferiblemente un grupo vinilo, y R' representa un átomo de halógeno, tal como cloro o bromo, o un grupo alcoxi con 1 a 5 átomos de carbono, con preferencia 1 a 3 átomos de carbono, tal como por ejemplo un grupo metoxi, etoxi o propoxi, ó a la fórmula general:



en la que R se define como anteriormente, R'' representa un radical alquilo con 1 a 5 átomos de carbono, preferiblemente etilo o metilo, X representa un átomo de halógeno, preferiblemente cloro o bromo o un grupo alcoxi que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, preferiblemente 1 a 3 átomos de carbono, por ejemplo metoxi o etoxi, y n es 0, 1 ó 2.

En particular, se prefiere usar viniltrimetoxisilano y viniltrietoxisilano. El silano se usa preferiblemente en cantidades de 0,5 a 5 % en peso y más preferiblemente en cantidades de 1 a 2 % en peso, basado en el polietileno.

Peróxidos preferidos para la formación de puntos radicalares en las cadenas de polietileno, son los peróxidos orgánicos, usados en una cantidad de 0,05 a 1,5 % en peso, preferiblemente 0,075 a 0,1 % en peso, basado en el polietileno. De éstos peróxidos orgánicos, son particularmente adecuados el peróxido de dicumilo y perbenzoato de terc-butilo. En particular se prefiere usar peróxido de

dicumilo en una cantidad de 0,1 %.

5 Para la producción de espumas de polietileno reticulado mediante el proceso de la invención, se añaden agentes expansionantes químicos, preferiblemente azodicar-

bonamida, a los polímeros, en cantidades de 2,5 a 15 %, basado en la mezcla total. De éste modo, se obtienen pesos unitarios de 30 a 75 kg/m³. Sin embargo, los agentes expansionantes químicos se pueden añadir también en cantidades diferentes.

10 Como componente polietileno se pueden utilizar polietilenos que tienen una densidad de 0,910 a 0,965 y que tienen un índice de fusión del orden de 0,2 a 20 g/10 minutos.

15 El polietileno se mezcla con los aditivos a temperaturas elevadas del orden de 120 a 140°C, preferiblemente 140°C, en un extruder, y la mezcla resultante se extruye en forma de una hoja o de un cordón conformado. El artículo conformado así obtenido se pone en contacto con agua, preferiblemente por almacenamiento en la misma, con el fin de obtener el efecto reticulante requerido. El agua contiene

20 preferiblemente de 1 a 10 % en peso de un catalizador silánico que se difunde en el producto semiacabado. Catalizadores de condensación adecuados son las aminas primarias, secundarias y terciarias alifáticas, con 2 a 8 átomos de carbono, tales como, por ejemplo, 1-amino-3-dimetilaminopropano o una amina

25 aromática. Estos catalizadores se describen en Ullmanns "Encyclopedia of Technical Chemistry, Columna 15, página 74. Se puede añadir un disolvente orgánico (tal como metiletilcetona, como agente de arrastre, al agua que contiene catalizador. El baño de reticulación tiene preferiblemente una temperatura

30 de 70 a 80°C. El artículo conformado se puede espumar

opcionalmente después de la reticulación. El espumado se efectúa preferiblemente de modo continuo en un horno calentado con rayos IR y/o calentado con aire, a una temperatura superior a 150°C, bien horizontalmente sobre un calibre soporte o bien verticalmente en ausencia de soporte alguno.

Los polietilenos obtenidos mediante el proceso según la invención, se distinguen por tener una superficie de una calidad extremadamente buena, mientras que las espumas de polietileno pueden distinguirse adicionalmente por una estructura regular de células cerradas.

El proceso según la invención no solo es adecuado para la producción de artículos espumados, si no también para la producción de artículos de polietileno solamente reticulados de diversos tipos, tales como hojas, perfiles, tubos y películas. Los artículos espumados se utilizan como perfiles sellantes, paneles aislantes, etc.

EJEMPLO 1

En un extruder, se mezclan:

Polietileno (densidad, 0,924; índice de fusión, 4,5 g/10')	87,9 %
Agente expansionante, azodicarbonamida	15 %
Viniltrietoxisilano	1,0 %
Peróxido de dicumilo	0,1 %

y se extruye a 140°C en forma de hoja plana. Esta hoja se almacena a continuación durante una hora a 80°C en agua que contiene 5 a 10 % de metiletilcetona, 5 a 10 % en peso de 1-amino-3-dimetilaminopropano, con el fin de conseguir la reticulación. La hoja reticulada se espuma verticalmente dentro de un soporte en un horno calentado con rayos IR.

EJEMPLO 2

5 La mezcla descrita en el ejemplo 1, en la cual el polietileno de alta presión ha sido reemplazado por polietileno de baja presión (densidad 0,96 e índice de fusión 70 g/10') se extruye para formar una hoja y se reticula del mismo modo que en el ejemplo 1. La hoja así obtenida se espuma horizontalmente sobre un soporte de tela metálica en un horno calentado con aire.

EJEMPLO 3

10 Se prepara en un extruder una mezcla de la siguiente composición que se conforma a una hoja a una temperatura inferior a 140°C:

15	Polietileno (densidad, 0,912; índice de fusión, 4,5 g/10')	98,65 %
	Viniltriétoxisilano	1,2 %
	Perbenzoato de terc-butilo	0,15 %

20 La reticulación se efectúa del mismo modo que en el ejemplo 1. La hoja de polietileno reticulado empleada no muestra flujo alguno adicional en el ensayo del índice de fusión según DIN 53 735.

N O T A

25 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con el nº P 24 51 218.3 de 29 de octubre de 1.974; acogiéndose por lo tanto a los de-

neficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR POLIETILENO RETICULADO; caracterizándose por lo siguiente:

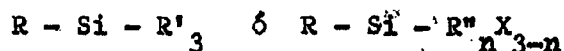
1.- Procedimiento para preparar polietileno reticulado, caracterizado porque comprende las etapas de mezclar polietileno, un peróxido y un silano y poner en contacto a continuación la mezcla resultante con agua que contiene un catalizador de condensación silánico, para llevar a cabo la reticulación.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se mezcla un agente expansionante químico con el polietileno, peróxido y silano y el polietileno reticulado se espuma mediante calentamiento.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla de polietileno se pone en contacto con agua almacenando la mezcla en agua que contiene al catalizador de condensación silánico.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agua contiene de 1 a 10 % en peso del catalizador de condensación silánico.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los silanos usados corresponden a las fórmulas generales



en donde R representa un grupo hidrocarburo olefinicamente insaturado, R' representa un átomo de halógeno o un grupo alcoxi, R'' es un radical alquilo, un átomo de halógeno o un grupo alcoxi y n es 0, 1 ó 2.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el silano es viniltrimetoxisilano ó viniltrietoxisilano.

5 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el silano se usa en cantidades de 1,5 a 5 % en peso, basado en el polietileno.

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se usa un peróxido orgánico en cantidades de 0,05 a 1,5 % en peso, basado en el polietileno.

10 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque se usa peróxido de dicumilo o perbenzoato de terc-butilo.

15 10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como catalizador de condensación silánico se usa una amina primaria, secundaria o terciaria.

11.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el agente expansionante químico se usa en cantidades de 2,5 a 15 %, basado en la mezcla total.

20 12.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque como agente expansionante se usa azodicarbonamida.

13.- Procedimiento para preparar polietileno reticulado, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

25 Esta Memoria consta de 8 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 OCT. 1975
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

L. GÓMEZ ACEBO Y NUÑEZ
P. Firmado: L. Gómez Acebo y Nuñez

