



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 279 704**

② Número de solicitud: 200502622

⑤ Int. Cl.:
B29C 47/10 (2006.01)
B29C 47/36 (2006.01)
B29C 47/92 (2006.01)

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

② Fecha de presentación: **27.10.2005**

④ Fecha de publicación de la solicitud: **16.08.2007**

Fecha de la concesión: **13.05.2008**

④ Fecha de anuncio de la concesión: **01.06.2008**

④ Fecha de publicación del folleto de la patente:
01.06.2008

⑦ Titular/es: **Universidade da Coruña
O.T.R.I.-Servicios Centrales de Investigación
Campus de Elviña, s/n
15071 A Coruña, ES**

⑦ Inventor/es: **Barral Losada, Luis;
Abad López, María José;
López Lago, Joaquín;
Ramírez Gómez, Carmen;
Cano Malagón, Jesús;
García-Garabal Mosquera, Sandra;
Diez Redondo, Javier;
Bouza Padín, Rebeca y
Montoya Ridaó, Mariano**

⑦ Agente: **No consta**

⑤ Título: **Sistema para procesar espumas poliméricas termoplásticas, utilizando dióxido de carbono (CO₂) como agente espumante.**

⑦ Resumen:

Sistema para procesar espumas poliméricas termoplásticas, utilizando dióxido de carbono (CO₂) como agente espumante.

La producción de espumas termoplásticas por extrusión utilizando agentes nucleantes fluoro carbonados (tipo HCFC), produce alto impacto ambiental y pobres propiedades del producto final. Para contrarrestar estas desventajas, en los últimos años se han desarrollado procesos de extrusión para la obtención de espumas termoplásticas utilizando CO₂ como agente espumante. En la producción de espumas con CO₂ es necesario controlar las variables de procesado para obtener espumas con propiedades satisfactorias y homogéneas. Debido al costo elevado de las extrusoras diseñadas especialmente para este fin, se optó por modificar una extrusora monohusillo, diseñada para trabajar con HCFC como agente espumante, añadiéndole un intercambiador de calor/mezclador estático, un viscosímetro y una aguja de espumado a la línea de producción; lo cual permite controlar las condiciones de procesado y obtener un producto final de buena calidad.

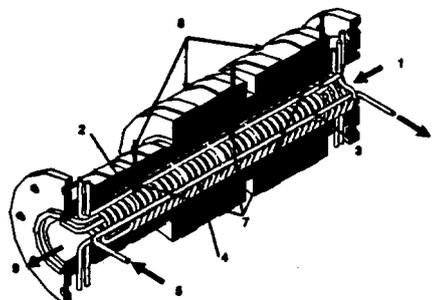


Figura 4

ES 2 279 704 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Sistema para procesar espumas poliméricas termoplásticas, utilizando dióxido de carbono (CO₂) como agente espumante.

Objeto de la invención

La presente invención hace referencia a modificaciones en extrusora monohusillo para procesar de forma controlada espumas poliméricas termoplásticas utilizando dióxido de carbono (CO₂) como agente espumante.

Antecedentes de la invención

El espumado de materiales poliméricos se produce al disolver en el polímero fundido una sustancia, el agente espumante, que produce por medio de procesos físicos o químicos la expansión de la masa fundida. Existen dos tipos de agentes espumantes: los agentes químicos y los físicos.

Los agentes espumantes químicos, tales como el HCFC, fueron los primeros en utilizarse. Ellos producen la dilatación de la masa polimérica fundida al generar gases por reacción química dentro de la masa del polímero. Se debe tener especial cuidado en la cantidad de agente espumante químico que se introduce ya que un exceso del mismo queda sin reaccionar contaminando la espuma.

Por otro lado, los agentes físicos (tal como el CO₂) son gases inertes inyectados en la extrusora en estado de fluido supercrítico y, una vez disueltos en la masa polimérica, se los despresuriza a fin de producir la expansión de la masa fundida. Al ser gases, los agentes espumantes abandonan la masa polimérica una vez despresurizados, evitando contaminar el producto final; siendo ésta su principal ventaja sobre los agentes espumantes químicos.

Resulta muy interesante producir espumas termoplásticas mediante el proceso de extrusión ya que este método combina el bajo coste con un buen acabado superficial. Si durante la etapa de dosificación se controla la temperatura y la presión a fin de crear las condiciones óptimas para inyectar de manera controlada un fluido supercrítico, como es el CO₂, este se disolverá en el plástico fundido formándose una solución homogénea que, luego de ser despresurizada, producirá el espumado del polímero.

La tecnología de espumado de polímeros termoplásticos por extrusión utilizando fluidos supercríticos (FSC) está actualmente en pleno desarrollo. Existen diversas patentes donde se especifica composiciones y parámetros de procesado a fin de obtener espumas poliméricas utilizando dióxido de carbono como agente espumante (por ejemplo: Documento JP2005088328, Documento JP2002028963, entre otros). Sin embargo, no existe documento donde se especifiquen las modificaciones a realizar en una máquina, originalmente diseñada para producir espumas utilizando agentes espumantes tipo HCFC, de manera que pueda producir espumas poliméricas y controlar los parámetros de procesado utilizando dióxido de carbono como agente espumante.

En vista de lo antes expresado, para poder producir espumas por extrusión es necesario entender y controlar las variables que afectan al comportamiento de la solución polímero y CO₂, dentro de la extrusora. Es decir, controlar tanto la solubilización del gas en el polímero como la evolución del proceso, para luego analizar el efecto de los parámetros del proceso sobre la extrusión del material y los efectos de estos

factores sobre la calidad del producto final.

Así, para producir espumas poliméricas utilizando CO₂ como agente espumante, es necesario controlar adecuadamente los tres pasos en los que consta el proceso:

- 2.1) Formación de la solución polímero/gas
- 2.2) Nucleación de celdas
- 2.3) Crecimiento de celdas y forma final de las mismas

Descripción de la invención

El presente invento integra los siguientes elementos:

Mezcladores

A fin de mejorar la formación de la solución se propone el diseño de un mezclador dinámico fijado al husillo de la extrusora mediante rosca y de un mezclador estático que actúa como intercambiador de calor colocado a continuación de la extrusora (figura 2).

El mezclador dinámico, que se esquematiza en la figura 3, consiste en una prolongación del husillo de la extrusora, que además de tener el perfil de filetes del husillo cuenta con estrías longitudinales, paralelas a la dirección del eje del husillo. La fijación del mezclador dinámico al husillo de la extrusora se efectúa mediante una rosca. Este diseño provoca un mezclado transversal al canal de flujo del polímero gracias a las estrías longitudinales, mejorando así la formación de la solución.

El mezclador estático que actúa también como intercambiador de calor, consiste en 5 tubos de cobre longitudinales y 2 serpentinas, también de cobre, concéntricos al eje de rotación del husillo de la extrusora y colocados en una carcasa que va fija al extremo de la extrusora calentada eléctricamente con resistencias y cuya temperatura está controlada por termopares. Por dentro de los tubos circula un líquido refrigerante a contra corriente y en régimen turbulento, mientras que por la carcasa circula la solución polimérica en estado fundido. Esta disposición permite controlar precisamente la temperatura del lecho polimérico que circula y así regular homogéneamente tanto la viscosidad de la solución como la solubilidad de ambos componentes entre sí. Por otro lado, los tubos obstaculizan el flujo reptante del polímero, actuando de esta manera como deflectores y mejorando así el mezclado de ambos componentes. Teniendo en cuenta las ecuaciones de transferencia de calor en intercambiadores y el aumento de presión que genera el agregado del mezclador al máximo caudal que es capaz de entregar la extrusora, se dimensionó el intercambiador de manera tal que sea capaz de variar la temperatura del polímero en 30°C. La salida del refrigerante comunica con un depósito a cielo abierto lo suficientemente grande como para asegurar que su temperatura no aumente y mantener así el régimen estacionario del mezclador estático y su normal funcionamiento.

En la figura 4 se muestra un esquema del mezclador estático.

Viscosímetro

A fin de poder controlar la reología de la solución y encontrar así las condiciones óptimas de procesado para un caudal dado de solución, se desarrolló un viscosímetro capilar colocado a continuación del mezclador estático de manera tal que se pueda medir la viscosidad del producto fundido que circula por su interior. El tubo está calentado eléctricamente con

resistencias y la temperatura de su interior puede controlarse con termopares. La caída de presión a lo largo del tubo se mide en sus extremos, pudiéndose de esta manera determinar la viscosidad aparente de la solución al caudal y temperatura de funcionamiento, mediante la ecuación de Hagen - Poiseville.

El dispositivo se esquematiza en la figura 5.

Agujas de inyección

Para controlar la variación de presión y la velocidad de variación de presión en el momento de producirse el espumado, las cuales afectan la nucleación de celdas, se debe incorporar al final del viscosímetro una aguja de inyección, la cual va acoplada al molde donde se produce el espumado final del material polimérico.

La aguja consta de tres tramos: una reducción cónica que ajusta el radio del viscosímetro al radio de la aguja, a continuación una parte cilíndrica que produce un aumento de presión y por último una expansión cónica donde se produce el espumado. Tanto el radio de la aguja, como la longitud de la expansión cónica, determinan los perfiles de presión en toda la máquina y, por lo tanto, afectan de manera directa a la calidad del producto final.

Como *a priori* se desconocen las condiciones de procesado, se diseñaron varias agujas con distinta geometría a fin de generar distintos perfiles de presión.

En las figuras 6 y 7 se detallan las principales características que deben presentar estas agujas.

Descripción de las agujas

Para completar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características del invento, se acompaña a la presente memoria descriptiva, como parte integral de la misma, un juego de figuras en donde, con carácter ilustrativo y no limitativo, se representa lo siguiente:

Figura 1: Muestra un esquema general de la máquina extrusora mono husillo a modificar. En ella, el polímero o mezcla de ellos, junto con los aditivos de procesado, son introducidos en forma de granza por la tolva de alimentación (1). Una vez fundido el material, se le inyecta el dióxido de carbono (CO₂) mediante una bomba de desplazamiento positivo (no incluida en la figura) a fin de producir la mezcla de los componentes (2). Cuando el material fundido abandona la extrusora, se le hace circular por un mezclador dinámico (no mostrado en la figura) y por un mezclador estático (3) a fin de homogeneizar la mezcla y obtener una distribución uniforme de temperatura en toda la masa fundida. Posteriormente, el polímero circula por el interior de un viscosímetro capilar (4) para la medición en tiempo real de la viscosidad del material fundido para, finalmente, producir el espumado y el conformado de la pieza a procesar en el cabezal porta aguja de inyección (5).

Figura 2: Muestra un esquema de los mezcladores propuestos. En ella, el polímero fundido fluye primero entre el barril de la extrusora (6) y el husillo (7) para luego fluir entre el mezclador dinámico primero (8) y el mezclador estático después (3) y el barril del mezclador (9). La temperatura del material se mantiene constante gracias al aporte de calor generado por las cintas calefactoras (10), las cuales están controladas por termopares de medición colocados en el flujo del material (no mostrados en la figura), y gracias al fluido refrigerante que circula por dentro de los tubos que componen el mezclador estático desde la entrada

(11) hacia la salida (12) en contracorriente con respecto al polímero fundido.

Figura 3: Muestra los detalles del mezclador dinámico. El mezclador dinámico (8) presenta una rosca izquierda (14) que lo fija al husillo de la extrusora (7), permitiéndole girar solidario con el mismo. A fin de provocar un mezclado transversal a la dirección de flujo del polímero fundido, el mezclador estático presenta estrías longitudinales (15).

Figura 4: Muestra las principales características del mezclador estático. El polímero fundido proveniente del mezclador dinámico, fluye entre los intersticios presentes entre el barril del mezclador (9), las serpentinas (16) y los tubos (17) por donde circula un fluido refrigerante desde su entrada (11) hacia la salida (12). A fin de mantener la masa del fundido a la temperatura deseada mientras circula por el mezclador estático, los termopares de medición (18), activan o desactivan las cintas calefactoras (10). Por último, el polímero fundido abandona el mezclador estático hacia el viscosímetro capilar.

Figura 5: Muestra detalles del viscosímetro capilar. El polímero fundido proveniente del mezclador estático, ingresa en el barril capilar del viscosímetro (19), donde se registra la presión de entrada y de salida del mismo mediante manómetros (20). La temperatura del material fundido es medida por termopares (18), los cuales activan o desactivan cintas calefactoras (10) con el fin de mantener la misma temperatura a lo largo del viscosímetro capilar. Una vez atravesado el viscosímetro, el flujo del polímero se dirige hacia el cabezal porta aguja de inyección.

Figura 6: Muestra detalles del cabezal porta aguja de inyección. El polímero fundido proveniente del barril capilar del viscosímetro capilar (19), fluye a través de la aguja de inyección (21) fijada al barril con una rosca (22) en donde se produce una caída abrupta de presión producto del cambio repentino de diámetro, lo cual hace que la mezcla polímero fundido/ CO₂ se vuelva insoluble y el gas expanda el material, el cual es moldeado a la forma final en el cabezal porta aguja de inyección con preforma (5).

Figura 7: Muestra los detalles de la aguja de inyección. Se puede observar que la aguja de inyección (21), fijada con rosca al barril del viscosímetro capilar (19), tiene tres partes claramente distinguibles: una región cónica de disminución de tamaño (a), una región cilíndrica (b) y, por último una región cónica de aumento de tamaño que conduce a la preforma (c). Las longitudes y los diámetros característicos de cada una de las regiones son variables fundamentales en los perfiles de presión que se desarrollan en la aguja y afectan, por lo tanto, la expansión del material.

Realización preferente de la invención

Como ejemplo de aplicación de las modificaciones realizadas podemos mencionar el proceso de espumado por extrusión de poliestireno (PS) para la fabricación de piezas que se utilizan como aislantes térmicos. En este caso, las piezas producidas utilizando dióxido de carbono (CO₂) como agente espumante tienen mejores propiedades, menor coste y contaminan menos que las producidas utilizando agentes espumantes fluoro carbonatados (tipo HCFC). Así, una línea de producción por extrusión originalmente diseñada para producir el espumado por efecto de un agente espumante tipo HCFC, gracias a las modificaciones propuestas puede producir piezas utilizando CO₂, con lo que la fábrica en cuestión se evita inver-

tir en una extrusora diseñada especialmente para este proceso, obteniendo un producto de menor coste, menos contaminante y de mejor calidad.

Así, el PS, junto con los aditivos de procesado (talco, colorante, agente ignífugo, etc.), son introducidos en forma de granza por la tolva de alimentación de la extrusora (Figura 1). Una vez fundido el material, se le inyecta el dióxido de carbono (CO₂) mediante una bomba de desplazamiento positivo para producir la mezcla de los componentes. Una vez que el material fundido abandona la extrusora, se le hace circular por un mezclador dinámico que, gracias a las estrías longitudinales, produce un mezclado bidireccional que ayuda a la homogeneización de la mezcla. Posteriormente la mezcla polímero/gas circula por los intersticios presentes entre la carcasa y los tubos y ser-

pentinas que componen el mezclador estático, lo cual ayuda a homogeneizar aún más la mezcla y, al mismo tiempo, gracias al fluido refrigerante que circula por dentro de los tubos y serpentinas permite obtener una distribución uniforme de temperatura en toda la masa fundida. A continuación, para determinar las condiciones óptimas de procesado (las cuales incidirán fuertemente sobre la calidad final de la pieza), el polímero circula por el interior de un viscosímetro capilar que permite medir en tiempo real la viscosidad del material fundido para, finalmente, producir el espumado y el conformado de la pieza a procesar en el cabezal porta aguja de inyección donde se regula el perfil de presiones a lo largo de la máquina variando la geometría de la aguja.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Sistema para procesar espumas poliméricas termoplásticas, utilizando dióxido de carbono (CO₂) como agente espumante, que está compuesto por un mezclador dinámico, un mezclador estático, un viscosímetro capilar y una aguja de inyección para la fabricación de espumas poliméricas, utilizando dióxido de carbono (CO₂) como agente espumante en extrusoras originalmente diseñadas para producir espumas poliméricas, utilizando agentes espumantes tipo HCFC, que controla a su vez las variables de procesado que afectan la calidad final del producto (perfiles de presión, temperatura, viscosidad, etc.).

2. Sistema para procesar espumas poliméricas termoplásticas, utilizando dióxido de carbono (CO₂) como agente espumante, según reivindicación 1^a, **caracterizado** porque el mezclador dinámico posee unas estrias longitudinales, y está fijado al husillo de una extrusora por una rosca izquierda, permitiéndole girar solidario con el mismo.

3. Sistema para procesar espumas poliméricas termoplásticas, utilizando dióxido de carbono (CO₂) como agente espumante, según reivindicaciones 1^a y 2^a, **caracterizado** porque el mezclador estático está dispuesto dentro de una carcasa calefaccionada, acoplada a continuación del mezclador dinámico. El mezclador estático está compuesto de tubos y serpentinas por donde circula un fluido refrigerante, cuyo diseño

permite controlar, mediante termopares, variaciones de temperatura en un rango de 30°C y homogeneizar la mezcla y la distribución de temperaturas en toda la masa polimérica.

4. Sistema para procesar espumas poliméricas termoplásticas, utilizando dióxido de carbono (CO₂) como agente espumante, según reivindicaciones 1^a, 2^a y 3^a, **caracterizado** porque el viscosímetro capilar que está colocado a continuación del mezclador estático, registra la presión de entrada y de salida del mismo mediante manómetros. Controla asimismo la temperatura del material fundido mediante termopares, los cuales activan o desactivan cintas calefactoras colocadas en la superficie exterior del viscosímetro capilar, de manera que se mantiene la misma temperatura a lo largo de todo el viscosímetro capilar.

5. Sistema para procesar espumas poliméricas termoplásticas, utilizando dióxido de carbono (CO₂) como agente espumante, según reivindicaciones 1^a, 2^a, 3^a y 4^a, **caracterizado** porque la aguja de inyección está fijada con rosca al barril del viscosímetro, y tiene tres partes claramente distinguibles: una región cónica de disminución de tamaño, una región cilíndrica y, por último una región cónica de aumento de tamaño que conduce a la preforma del molde. Las longitudes y los diámetros característicos de cada una de las regiones son variables fundamentales en los perfiles de presión que se desarrollan en la aguja y afectan, por lo tanto, la expansión del material.

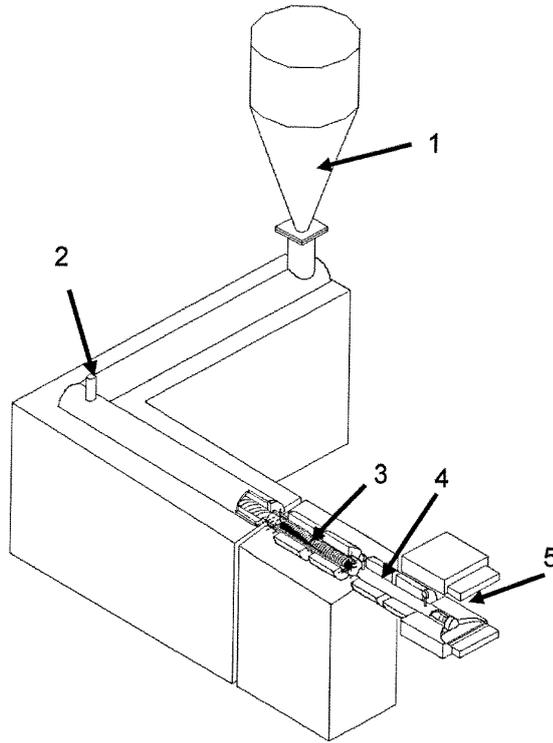


Figura 1

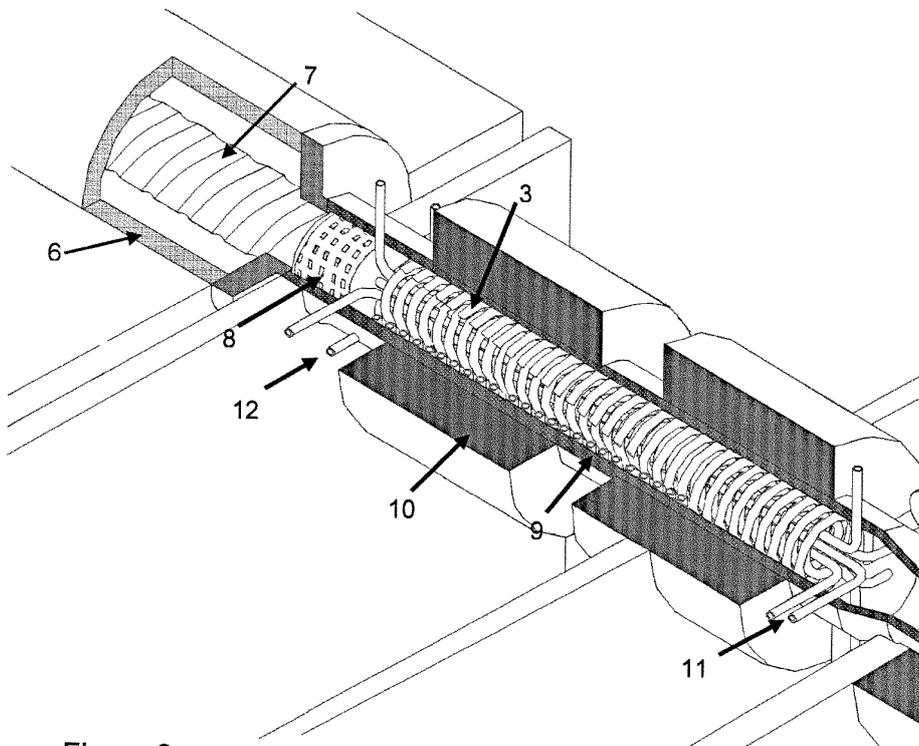


Figura 2

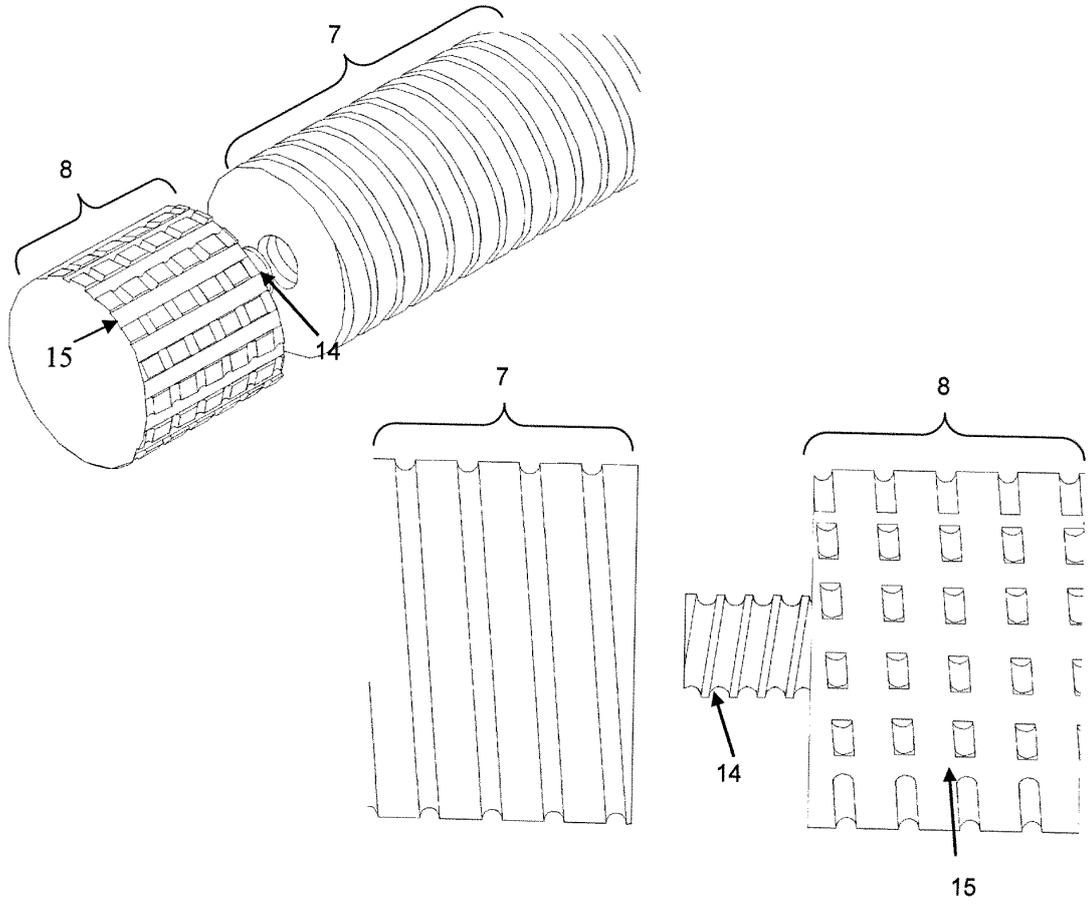


Figura 3

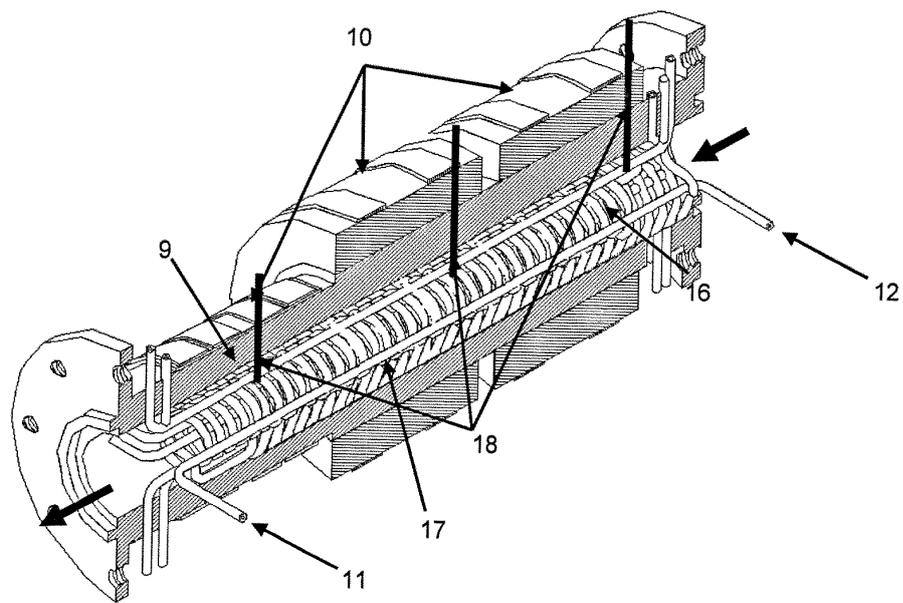


Figura 4

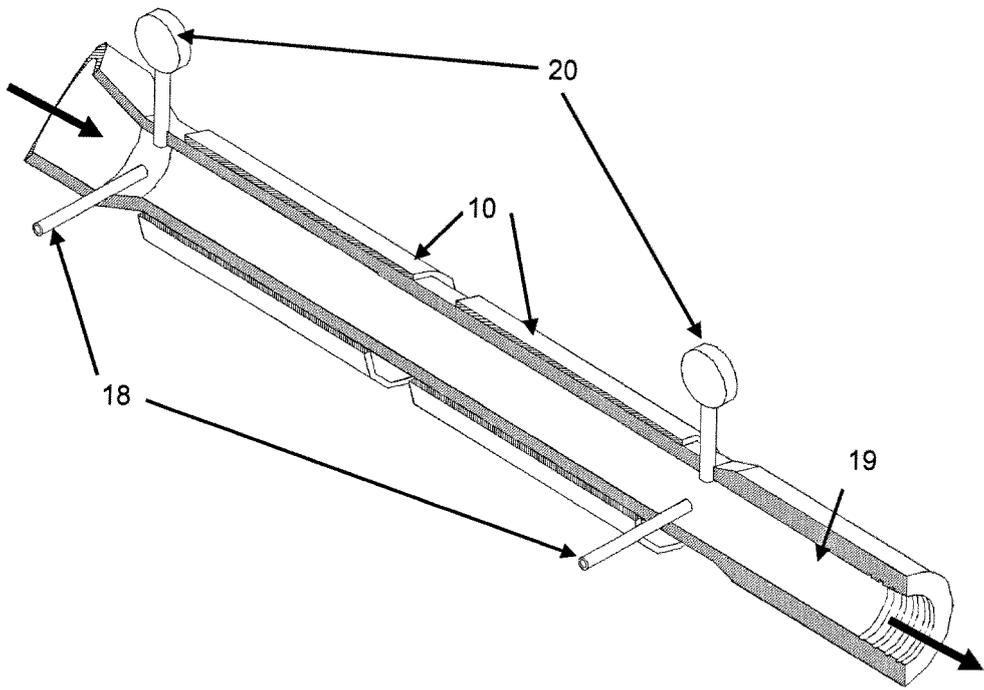


Figura 5

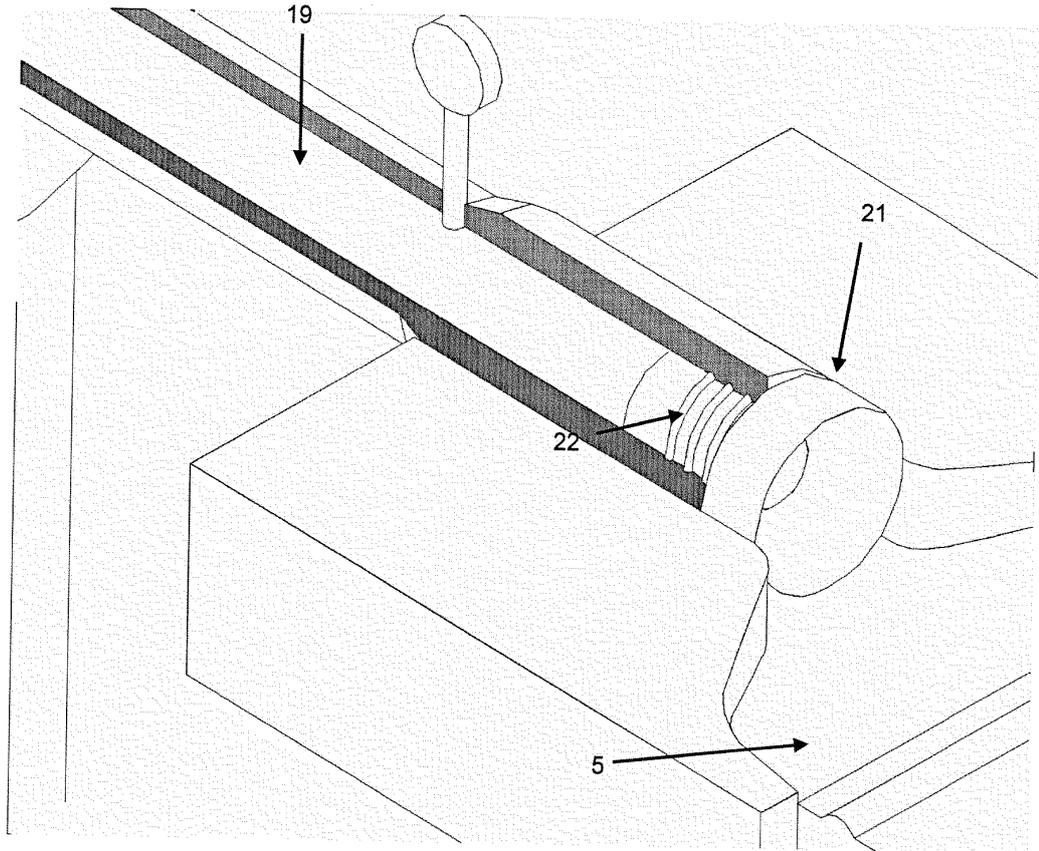


Figura 6

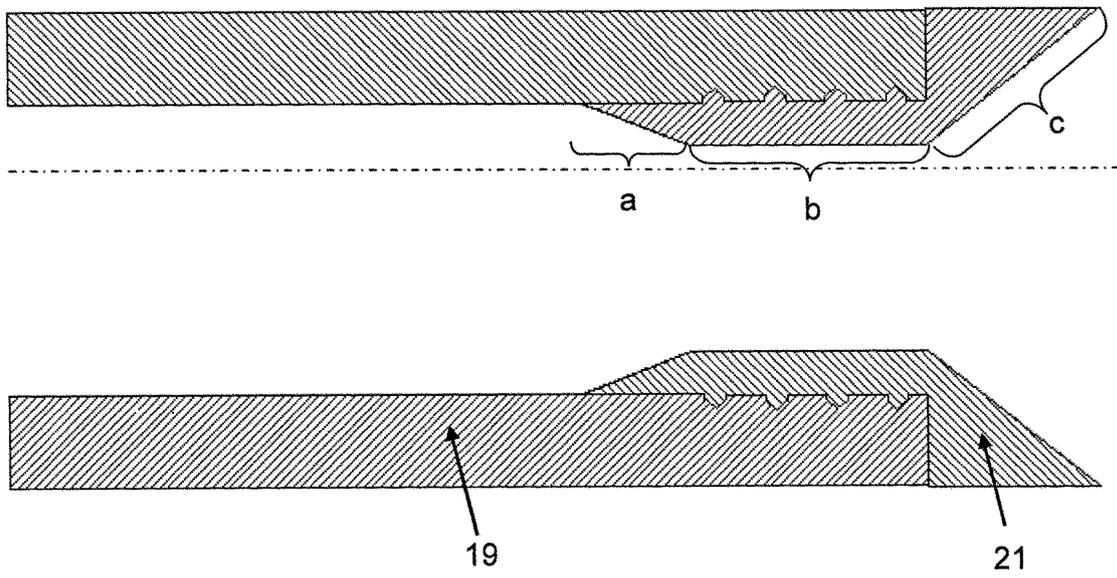


Figura 7



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 279 704

② Nº de solicitud: 200502622

③ Fecha de presentación de la solicitud: 27.10.2005

④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.: Ver hoja adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	WO 9808667 A2 (TREXEL INC; BURNHAM THEODORE A; CHA SUNG W; WALAT) 05.03.1998, página 16, líneas 8-24; página 17, líneas 14-24; página 19, líneas 3-13; página 20, línea 26 - página 21, línea 3; página 25, líneas 18-25; página 33, líneas 16-20; figura 1.	1
Y		2,3
A		4,5
Y	EP 0453687 A1 (ABC GROUP) 30.10.1991, columna 1, líneas 21-34; columna 2, línea 38 - columna 4, línea 49; figuras.	2,3
X	ES 2001581 A6 (SEKISUI PLASTICS) 01.06.1988, página 3, líneas 1-6; página 4, línea 59 - página 6, línea 50; figuras 1,3.	1
A		2,3
A	US 4454087 A (HAYASHI et al.) 12.06.1984, columna 2, línea 63 - columna 3, línea 5; columna 3, líneas 34-65; columna 5, línea 54 - columna 6, líneas 23; figura 1.	1,3,5
A	US 5902529 A (ISHIKAWA et al.) 11.05.1999, columna 1, líneas 28-43; columna 2, líneas 7-17; columna 3, líneas 15-43; figuras 1,2.	1,2
A	US 5032073 A (MOYER et al.) 16.07.1991, columna 4, líneas 48-51; columna 5, líneas 16-30; columna 5, línea 66 - columna 6, línea 18; reivindicaciones; figuras 3,5.	1,2

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

20.07.2007

Examinador

B. Martínez de Miguel

Página

1/2

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

B29C 47/10 (2006.01)

B29C 47/36 (2006.01)

B29C 47/92 (2006.01)