

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 398 464**

51 Int. Cl.:

**C08J 9/00**

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.08.2004 E 04782150 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.11.2012 EP 1660569**

54 Título: **Espuma de polímeros de olefina dispersados**

30 Prioridad:

**25.08.2003 US 497527 P**  
**27.02.2004 US 548493 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**19.03.2013**

73 Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES INC. (100.0%)**  
**2040 Dow Center**  
**Midland, MI 48674 , US**

72 Inventor/es:

**STRANDBURG, GARY, M.;**  
**VANSUMEREN, MARK, W.;**  
**WU, SHAOFU;**  
**STOCKTON, LUTHER, E.;**  
**SPETH, DAVID, R.;**  
**MONCLA, BRAD, M. y**  
**KALINOWSKI, MATTHEW, J.**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 398 464 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**

Espuma de polímeros de olefina dispersados

**Antecedentes**

5 Las espumas de células alveolares, hidrófilas encuentran utilidad en los productos que absorben y distribuyen fluidos acuosos; por ejemplo: pañales, compresas y calzoncillos para casos de incontinencia, productos para la higiene femenina, toallas y esponjas, vendajes para heridas y esponjas quirúrgicas, y otros usos análogos de absorción de fluido acuoso. Además, ambas espumas de células alveolares hidrófobas e hidrófilas, pueden encontrar su uso en otras numerosas aplicaciones, por ejemplo, filtración de fluido, aplicaciones de aislamiento, por ej., absorción acústica o isonorización y aislamiento o barreras de calor o frío, amortiguación, entramado de fondo para alfombras y telas.

10 La invención pertenece a las composiciones que producen espuma de forma mecánica que comprenden polímeros de olefina de base acuosa, dispersos; composiciones de espuma de células alveolares, duraderas, reciclables, estructuras y artículos que derivan de las mismas, y procedimientos para la preparación de estas espumas. Las espumas duraderas secas se pueden usar en las aplicaciones de absorción, filtración, aislamiento, amortiguación y entramado en virtud, entre otras propiedades, de sus buenas capacidades de absorción, suavidad y/o flexibilidad y su naturaleza reciclable.

15 Las espumas que derivan de la producción mecánica útiles en los artículos para absorber y distribuir fluidos acuosos han sido preparadas a partir de látex polimérico, por ejemplo, espumas que derivan de estireno carboxilado-látex de butadieno que se describen en los documentos USP 4.990541 y WO-01/80516A2.

20 Se producen dispersiones acuosas de los copolímeros de olefina lineales, útiles para la preparación de recubrimientos de películas alteradas, pero evidentemente no espumadas, usando una cantidad estabilizadora y emulsionante de tensioactivo como se describe en el documento USP 5.798.410.

El documento WO-A-98/52997 describe un precursor de espuma que comprende: (a) un epoxi, un material modificante, y un agente soplador, y; (b) un vehículo y una fuente ácida.

25 El documento US-A-4,540.718 describe una partícula pre-expandida de polímero de etileno de baja densidad lineal no entrecruzado el cual es un copolímero de etileno y una alfa-olefina de C<sub>4</sub>-C<sub>20</sub> que tiene un índice de fusión de 0,1 a 50 g/10 min., una densidad de 0,910 a 0,940 g/cm<sup>3</sup> y un punto de fusión de 110° a 130°C.

El documento US-A-4.045.378 describe el uso de hidroquinona como un inhibidor de abrasión en espumas de poliuretano que contienen aditivos de poliéster de fosfato halogenado.

30 El documento US-A-4.001.158 describe una emulsión acuosa expandible pigmentada que comprende un medio acuoso que tiene suspendida de forma coloidal en la misma un copolímero de emulsión que consiste esencialmente de 15 a 40% de etileno, de 1,5 a 9% de monómeros de entrecruzamiento que incluyen al menos 0,5% de monómero insaturado monoetilénicamente que transporta el grupo N-metilol, acetato de vinilo de equilibrio, dicho copolímero tiene un peso molecular de al menos 300.000, incluyendo dicha emulsión un espesante disuelto que proporciona una viscosidad desde 500 a 5.000 centipoises, la adición de un tensioactivo para permitir que la emulsión se espume, y el pigmento disperso en un pigmento para la relación en peso del aglutinante desde 0,1:1 a 2:1.

35 El documento US-A-3.740.353 describe las espumas de baja densidad preparadas a partir de una emulsión de agua-en-resina que comprende (1) desde 30 a 80 por ciento en peso de una fase acuosa dispersa y desde 70 a 20 por ciento en peso de una fase de resina termoendurecible continua, (2) desde 0,005 a 10 partes por 100 partes de dicha emulsión de un tensioactivo no iónico de copolímero de bloque de polialquilenóxido, en donde el grupo hidrófobo tiene un peso molecular de al menos 1000 y (3) desde 0,1 a 20 partes por 100 partes de dicha emulsión de un agente de control dimensional hidrocarbonáceo que tiene un peso molecular de 200 a 150.000.

**Compendio de la invención**

45 La invención comprende espumas de polímero de olefina dispersas, de base acuosa, procedimientos para la preparación de estas espumas de células alveolares duraderas a partir de las mismas, y laminados que comprenden al menos una capa de la espuma. La relativa suavidad y flexibilidad de las espumas y su buena absorción del fluido acuoso y la capacidad de drenar el fluido acuoso las hace de particular utilidad en los artículos de higiene absorbentes que tienen, entre otras propiedades, capacidades de absorción de fluido y drenaje.

50 Hemos descubierto una espuma de células alveolares que se prepara a partir de una espuma de polímero de olefina dispersa de base acuosa y exhibe alta capacidad de absorbencia ("CA") (expresada como g de solución salina de 0,9 por ciento en peso sintética absorbida por g de espuma seca) de más grande que 10 g/g, preferiblemente más grande que 15 g/g. La espuma durable de la invención es preferiblemente hidrófila y para las aplicaciones seleccionadas es capaz de drenar de forma vertical la solución salina al 0,9% descrita hasta una altura preferiblemente más grande que 5 cm (~2 pulgadas), más preferiblemente más grande que 8 cm (~3 pulgadas), aún

más preferiblemente más grande que 10 cm (~ 4 pulgadas), y lo más preferiblemente más grande que 15 cm (~ 6 pulgadas). La capacidad de drenaje vertical se mide mediante una prueba de Altura de Drenaje Vertical (ADV), que se describe en mayor detalle a continuación.

5 La presente invención comprende una espuma estable, acuosa que consiste esencialmente de a) uno o más copolímeros o interpolímeros de etileno y/o 1-propeno con otros monómeros seleccionados de olefinas C<sub>4</sub> a C<sub>10</sub> y tiene un contenido de etileno o 1-propeno desde 2-98 por ciento en peso; b) agua; c) un tensioactivo para formar espuma, y d) un gas; donde los componentes comprenden a) 35 a 75 por ciento, b) 35 a 75 por ciento y c) 1 a 6 por ciento del peso combinado de a), b) y c), y d) está presente en una cantidad de modo que d) comprende al menos 80 por ciento del volumen total de todos los componentes presentes en la espuma

10 en donde la espuma opcionalmente incluye e) un estabilizador de espuma seleccionado de: éteres de alquilcelulosa, éteres de hidroxialquil celulosa, éteres de hidroxialquil alquilcelulosa, goma guar, goma xantano, y resinas de polioxietileno de al menos un peso molecular de 20.000, dicho componente e) presente en la cantidad de 0,05 a 2 por ciento basado en el peso seco del componente a) polímero.

15 La presente invención además comprende un laminado que comprende al menos una capa de la espuma como se describió anteriormente, y al menos una capa de sustrato sobre la cual dicha capa de espuma se extiende, altera o dispersa.

La presente invención además comprende un procedimiento para producir una espuma de células alveolares duradera que comprende las etapas de:

(1) generar la espuma como se describió anteriormente;

20 (2) de ahí en adelante someter dicha espuma al menos a una fuente de energía de secado para proporcionar una espuma de células alveolares duradera, de una manera tal que el volumen de dicha espuma resultante consista en menos que 70 por ciento en volumen del volumen de dicha espuma; y

(3) de ahí en adelante recuperar la espuma de células alveolares duradera.

25 La espuma de polímero de olefina dispersa de base acuosa se prepara a partir de un polímero termoformable, semi-cristalino (polímero) que proporciona la ventaja adicional de impartir un carácter reciclable a la espuma duradera resultante y a los artículos que la incorporan. En el caso de las aplicaciones de aislamiento acústico y térmico y amortiguación, en particular, esto la hace un material muy atractivo a partir del cual se pueden fabricar artículos, por ej., amortiguadores para el asiento de un automóvil, cabeceras y componentes de aislamiento acústico, entramado de alfombras para autos y casas, protección de muebles y colchones y acolchados, dispositivos de filtración de gas y líquido y aplicaciones similares. En estos casos es muy deseable tener un polímero de olefina, un elemento de  
30 espuma de células alveolares que puede ser reciclado fácilmente.

El polímero se selecciona de copolímeros e interpolímeros de etileno y/o propileno y otros monómeros seleccionados de olefinas, preferiblemente alfa-olefinas, y más preferiblemente seleccionados de n-buteno, n-hexeno y n-octeno. El contenido de etileno o propileno del polímero oscila desde 2 a 98 por ciento del polímero. El  
35 módulo de espuma duradera puede ser controlado por la selección de polímeros. Por ejemplo, usando un copolímero que tiene un nivel más alto de olefinas C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> dará una espuma más suave y más flexible que un copolímero que tiene cantidades más bajas de olefinas C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub>. De manera similar, una espuma producida con copolímero de propileno/olefina C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> dará una espuma más rígida que una composición correspondiente producida con copolímero de etileno/olefina C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub>. Los comonómeros seleccionados constituyen el resto del polímero. A  
40 continuación se encuentran otros detalles con respecto al polímero.

La composición absorbente, de células alveolares de la invención es una espuma duradera. Ésta surge de secar la dispersión acuosa, espumada del polímero en condiciones seleccionadas para inhibir la coalescencia de las burbujas de gas individuales en la espuma durante un período de tiempo suficiente como para permitir que las partículas de polímero dispersas contenidas en la capa acuosa delgada que rodea la burbuja de aire atrapada se  
45 fusione antes de que la estructura de la película acuosa experimente un colapso significativo. El secado se produce a medida que el agua se evapora de las superficies de las burbujas y desde los canales o intersticios entre las burbujas.

Algunos modos preferidos de uso y los artículos que comprenden la espuma absorbente incluyen artículos de  
50 higiene modelables absorbentes de fluidos acuosos, más en particular pañales para bebés, productos para incontinencia adulta, productos de higiene femenina, protectores mamarios, bandanas, toallas y esponjas, vendajes para heridas, esponjas quirúrgicas, prendas médicas, paños quirúrgicos y entramado absorbente para envasado de alimentos. Este entramado típicamente se emplea para absorber jugos de carne y goteos en la parte inferior de las bandejas de envasado de alimentos. La espuma además es útil en artículos usados para los sistemas de suministro de liberación sincronizado, por ejemplo en el suministro sostenido de productos farmacéuticos y fármacos, como a  
55 través de parches de contacto con la piel y similares.

La invención además comprende artículos absorbentes reciclables. En el caso de artículos generalmente no

descartables de carácter más permanente y que puedan volver a usarse, tales como las aplicaciones de aislamiento acústico y térmico y de amortiguación, en particular, la naturaleza reciclable hace a la espuma absorbente un material muy atractivo a partir del cual se fabrican los artículos. Esto se debe a sus propiedades de absorción al impacto, isonización y otras propiedades relacionadas con la absorción; por ejemplo, en los componentes de amortiguación de los asientos de automóviles, cabeceras e isonización, el entramado de alfombras para autos y casas, la protección de muebles y colchones y acolchados, los dispositivos de filtración de gas y líquido y aplicaciones similares.

### Breve descripción del dibujo

La figura 1 representa una curva de fusión, flujo térmico en watts/gramos (w/g) diagramado contra la temperatura (en grados Celsius) sobre el eje x, obtenida por calorimetría de barrido diferencial (DSC) de primer calor para el copolímero de etileno designado como Polímero 1D en la tabla 1 y demás. El diagrama de endotermia de una curva de DSC se puede usar para determinar un intervalo de temperatura de fusión aproximado para el respectivo polímero, como también para determinar la temperatura ( $T_{x\%c}$ ) para un porcentaje dado de cristalinidad residual del polímero, como se describe de forma más completa para los fines que se observan a continuación.

### 15 Descripción detallada de la invención

Todos los porcentajes y partes, a menos que se especifique lo contrario, se expresan en peso.

#### Definición de términos

El término moldeable como se usa en la presente memoria significa la capacidad de curvarse y flexionarse a la forma que desea el usuario, por ejemplo, la forma de un usuario de un artículo absorbente. El término dispersión como se usa en la presente memoria significa una composición líquida/polimérica de doble fase donde la fase acuosa es normalmente la fase continua y el polímero se suspende en la misma de una forma estable, adecuadamente con la ayuda de un agente de dispersión/dispersante de modo que el polímero quedará disperso al menos durante el tiempo que requiera completar la etapa de espumado. Preferiblemente el polímero quedará disperso a través del proceso de espumado y secado completo de modo que se pueda conducir un proceso completo, ya sea lote por lote o de una forma continua, sin que los polímeros se asienten en la dispersión. En la técnica se enseñan procedimientos adecuados, véase por ejemplo los documentos USP 5.798.410 y 6.448.321.

El término secado como se usa en la presente memoria significa un procedimiento para hacer que una espuma se convierta en espuma seca y el término seco como se usa en la presente memoria significa la eliminación de al menos 95 por ciento del agua de la espuma.

El término espumar o espumado como se usa en la presente memoria significa un procedimiento para incorporar volúmenes sustanciales de aire, u otro gas, en un líquido donde al menos 80, preferiblemente al menos 85 y más preferiblemente al menos 90 por ciento en volumen del material espumado consiste en el componente gaseoso. Se entiende que el líquido acuoso puede ser una solución molecular, una solución micelar o una dispersión. En general la espuma se crea mediante procedimientos mecánicos tales como mezclado de alto corte en condiciones atmosféricas u opcionalmente inyectando gas en el sistema mientras se mezcla.

El término espuma como se usa en la presente memoria significa una dispersión acuosa del polímero que ha sido espumado, como se describió anteriormente, antes del secado.

El término espuma como se usa en la presente memoria significa una estructura duradera que tiene un contenido de células alveolares de al menos 80% o más, preferiblemente al menos 85% o más y más preferiblemente al menos 90 por ciento o más, como se determina por y según la ASTM D2856-A.

El término superficie principal como se usa en la presente memoria significa, en una espuma, una de dos superficies sustancialmente paralelas del área más grande, en contraste con una superficie menor de la misma. Mientras es posible cortar y recortar una espuma bruta de manera de formar una estructura geométrica cúbica tridimensional regular de seis superficies, donde las seis superficies de espuma son sustancialmente la misma área, debido a la naturaleza práctica de generar continuamente un artículo de espuma, esto normalmente se obtiene dispersando el material espumado sobre un transportador que se mueve en la dirección x del ancho de la espuma de dimensión y, y el espesor de la espuma de dimensión z. El eje z o la dirección z significan el eje sustancialmente perpendicular al plano xy definido por la superficie de este transportador y por lo tanto generalmente perpendicular a una superficie principal de la espuma según se generó. Dos superficies de espuma principales de la longitud x y el ancho y, que cuando se secan hasta espuma dan por resultado una estructura de espuma tridimensional de un área de superficie igual a aproximadamente xy tanto sobre la parte superior como la parte inferior. Es cada una de estas superficies de espuma superior e inferior que se denominan aquí superficie principal, o en el caso de la espuma que ha sido cortada en piezas de aproximadamente igual espesor a lo largo de los ejes x-y, superficie principal significa la superficie paralela más grande resultante en cada lateral opuesto, paralelo de cada una de las láminas de espuma cortadas resultantes.

Polímeros de olefina

El polímero de olefina semi-cristalino (polímero) se selecciona de los copolímeros e interpolímeros de etileno y/o propileno y otros monómeros seleccionados de las olefinas C<sub>4</sub> a C<sub>10</sub>, preferiblemente alfa-olefinas, más preferiblemente alfa-olefinas C<sub>4</sub> a C<sub>8</sub> y lo más preferiblemente seleccionado de n-buteno, n-hexeno y n-octeno. El contenido de etileno o propileno del polímero oscila desde 2-98 por ciento en peso del polímero. Donde se desee una espuma más suave, más flexible se selecciona una poliolefina basada esencialmente en etileno en la cual el etileno comprende desde 98 a 65 por ciento de polímero. Donde se desee una espuma más rígida de mayor módulo flexural, se puede seleccionar una poliolefina basada esencialmente en propileno, comprendiendo el propileno desde 98 a 65 por ciento del polímero. Los comonómeros seleccionados constituyen el resto del polímero.

El polímero tiene las siguientes características y propiedades:

1) cristalinidad como se determina por la observancia de al menos una endotermia cuando se somete a evaluación por calorimetría de barrido diferencial (DSC) estándar (véase con fines de ilustración, figura 1);

2) para polímeros con base de etileno, un índice de fusión ("MI") que se determina según la ASTM D1238 a 190 °C. (375 °F.) con un peso de 2,16 kg (4,75 lb) (es decir, una condición de 190 °C/2,16 kg) de 30 o menos, preferiblemente de 25 o menos, más preferiblemente de 22 o menos, y lo más preferiblemente de 18 g/10 min o menos y 0,1 o más, preferiblemente 0,25 o más, más preferiblemente 0,5 o más, y lo más preferiblemente 0,75 g/10 min o más, y para polímeros con base de 1-propeno, un índice de flujo de fusión ("IFF") que se determina según la ASTM D1238 a 230 °C. (446 °F.) con un peso de 2,16 kg (4,75 lb) (es decir, condición de 230 °C/2,16kg) de 85 o menos, preferiblemente de 70 o menos, más preferiblemente de 60 o menos, y lo más preferiblemente de 50 g/10 min o menos y 0,25 o más, preferiblemente 0,7 o más, más preferiblemente 1.4 o más, y lo más preferiblemente 2 g/10 min o más.

3) para polímeros con base de etileno una densidad de 0,845 o más, preferiblemente 0,85 o más, más preferiblemente 0,855 y lo más preferiblemente 0,86 g/cc o más, y 0,925 o menos y preferiblemente 0,91 g/cc o menos, más preferiblemente 0,905 o menos, y lo más preferiblemente 0,90 g/cc o menos; y para los polímeros con base de 1-propeno dado que la densidad es una medida usada con menor frecuencia de la composición principal que para los polímeros de etileno, un polímero con base de 1-propeno comprende 5 por ciento o más, preferiblemente 7 por ciento o más y 35 por ciento o menos, preferiblemente 25 por ciento o menos de contenido de monómero.

Una clase de polímero particularmente adecuada para usar en la invención son los copolímeros de etileno y 1-octeno o 1-buteno, donde etileno comprende desde 90 o menos, preferiblemente 85 o menos hasta 50 o más, preferiblemente 55 o más, y 1-octeno o 1-buteno desde 10 o más, preferiblemente 15 o más hasta 50 o menos, preferiblemente 45 o menos por ciento en peso del copolímero, y que tiene un índice de fusión de 0,25 o más, preferiblemente 0,5 o más y 30 o menos, preferiblemente 20 o menos g/10 min.

Otra clase de polímeros particularmente preferida para usar en la invención son los copolímeros de 1-propeno y etileno, 1-octeno, 1-hexano o 1-buteno, donde 1-propeno comprende desde 95 o menos, preferiblemente 93 o menos hasta 65 o más, preferiblemente 75 o más, y etileno, 1-octeno, 1-hexano o 1-buteno comprenden desde 5 o más, preferiblemente 7 o más hasta 35 o preferiblemente 25 o menos por ciento en peso del copolímero, y que tiene un índice de flujo de fusión de 0,7 o más, preferiblemente 1,4 g/10 min o más y 85 o menos, preferiblemente 55 g/10 min o menos..

De forma alternativa, en lugar de un único polímero se puede emplear una mezcla de polímeros que tiene las características físicas que se describieron anteriormente. Por ejemplo, puede ser deseable mezclar un primer polímero con IF o IFF que esté fuera del intervalo descrito anteriormente, con otro de un IF o IFF relativamente bajo, de modo que el IF o IFF combinado y la densidad promediada de la mezcla esté dentro de los intervalos observados anteriormente. Un polímero de alfa-olefina más cristalino puede ser combinado con uno de cristalinidad relativamente más baja tal como uno que tiene una cantidad significativa de ramificación de cadena larga, para proporcionar una mezcla que tiene una capacidad de procesamiento sustancialmente equivalente en la preparación de espuma estable y espuma duradera de la invención. Donde se hace referencia a un "polímero" en esta memoria descriptiva, se entiende que las mezclas de polímeros de olefina con características físicas equivalentes se pueden emplear con igual efecto y son consideradas dentro de nuestra descripción de la invención.

Una clase particularmente preferida de polímero cuando se usa sin otros polímeros o aditivos formadores de película, se caracteriza por exhibir un tipo particular del gráfico de DSC de la endotermia del polímero. En la clase preferida, la endotermia observada exhibe un declive relativamente suave a medida que la temperatura de barrido se incrementa pasando el máximo de la endotermia final (es decir, el último punto de inflexión sobre la curva de DSC, por ej., el punto A hallado en la figura 1, donde el declive de la curva se torna positiva y la curva luego retorna al estado de la línea de base). Esto refleja un polímero de intervalo de fusión ancho más que un polímero que tiene lo que se considera generalmente que es un punto de fusión agudo.

Por consiguiente, la temperatura de secado de la espuma preparada a partir de este tipo de polímero preferido puede mantenerse fácilmente a, o cerca de un punto (por ej., punto B en la figura 1) en la curva de endotermia a una distancia significativa desde el retorno a la temperatura de línea de base en cuyo punto una parte principal, pero no

toda, de las porciones cristalinas del polímero se fusiona y permite a las partículas del polímero restantes fusionarse o unirse a través de sus regiones amorfas. De esta manera, al mantener esta temperatura durante el procedimiento de secado de la espuma, la mayoría del polímero se puede fusionar sin una pérdida completa de la cristalinidad del polímero y la resistencia a la tracción resultante, y el colapso de las burbujas que de otra forma se aseguraría, si

5 todas las porciones cristalinas del polímero debieran fusionarse rápidamente. Un método para determinar la temperatura máxima a la cual conducir el secado de la espuma que está por debajo del punto donde ocurriría esta pérdida de resistencia a la tracción, es calcular una temperatura ( $T_{x\%c}$ ) donde aproximadamente el  $x\%$  de cristalinidad residual permanece en el polímero seleccionado. Para un polímero dado, el factor usado para convertir calor específico de fusión en cristalinidad porcentual en peso nominal en ese polímero puede determinarse a partir

10 de la endotermia de fusión (como se representa por una curva de DSC) para ese polímero. Para el polímero con base de etileno designado como polímero 1D en la tabla 1, en la figura 1 se representa un típico gráfico de una primera endotermia de fusión. Para preparar una muestra para el análisis de DSC, un polímero o una muestra de espuma de polímero puede ser moldeada por compresión calentando primero la muestra hasta una temperatura lo suficientemente alta como para eliminar toda la cristalinidad (aproximadamente 190 °C para el polímero con base de etileno y aproximadamente 230 °C para el polímero con base de propileno), y posteriormente enfriando en el molde de compresión a un intervalo de 10 °C/min. Antes del análisis de DSC la muestra moldeada por compresión se

15 madura durante al menos dos días, y preferiblemente al menos una semana, a temperatura ambiente. La endotermia de DSC es, de igual modo, generada usando un índice de calentamiento de 10 °C/min. El factor usado para convertir el calor específico de fusión en cristalinidad porcentual en peso nominal para un polímero con base de etileno es 292 julios/gramo (J/g) = 100% en peso de cristalinidad. A partir del gráfico de endotermia, se puede determinar un calor específico de fusión  $AH_m$  del polímero en J/g integrando el área entre el gráfico de endotermia y la línea de base. Con el factor observado, la cristalinidad total de una muestra (unidades: % en peso de cristalinidad) se calcula como 100% veces de  $AH_m$  dividido por 292 J/g. Usando este factor de conversión, 1% de cristalinidad residual corresponde a 2,92 J/g, 2% corresponde a 5,84 J/g, etc., para los polímeros con base de etileno.

25 Por consiguiente, usando esta relación, para el polímero representado en la DSC de la figura 1,  $T_{x\%c}$  se define por la temperatura a la cual el calor de fusión en el lado de la temperatura más alta de la matriz que cayó perpendicular hasta la línea de base a esa temperatura corresponde al  $x\%$  de cristalinidad. Estos cálculos (a menudo denominados cálculos del área parcial) se hacen fácilmente usando software estándar suministrado con un instrumento de DSC. Por lo tanto,  $T_{x\%c}$  se refiere a la temperatura, determinada a partir de la primera endotermia de

30 DSC de calor mediante el cálculo del área parcial usando caída perpendicular a la línea de base, a la cual se obtiene el 1% de cristalinidad (por ej., 2,92 J/g para el copolímero con base de etileno). Para un polímero con base de propileno, se sustituye un factor de 165 J/g de forma similar y se usa para calcular la cristalinidad residual del polímero a una temperatura específica sobre la endotermia representada por su gráfico de DSC de primer calor respectiva. Para proporcionar cristalinidad residual adecuada y resistencia a la tracción y evitar el colapso de la burbuja de espuma cuando se seca, se operaría de forma adecuada a  $T_{x\%c}$  en el gráfico de DSC que representa

35 más de 1, preferiblemente más de 1,5 y más preferiblemente más de 2 por ciento en peso y de forma adecuada menos de 5, preferiblemente menos de 4 y más preferiblemente menos de 3 por ciento en peso, la cristalinidad del polímero residual, o aproximadamente en algún lugar en la región entre aproximadamente el punto A y el punto B en el gráfico de la figura 1. Si se debe usar una mezcla, por ejemplo una mezcla de polímero basado en propileno con un polímero con base de etileno, los polímeros normalmente serán inmiscibles o parcialmente miscibles y un polímero se convierte en la fase continua y el otro en la fase no continua. Para determinar un intervalo de temperatura de secado adecuado, se miden las propiedades de la fase polimérica continua, usando el mismo cálculo de área parcial de la DSC como se describió anteriormente, para determinar una  $T_{x\%c}$  deseada.

#### Agentes de dispersión (Dispersantes)

45 El dispersante se emplea en una cantidad de más del 1 %, preferiblemente más del 2 %, y más preferiblemente más del 3 % hasta una cantidad menor que el 10 %, preferiblemente menor que el 8 %, y más preferiblemente menor que el 5 % sobre la base del peso de la dispersión acuosa del polímero.

El dispersante usado para crear la dispersión acuosa estable de las partículas del polímero en la invención variará según la naturaleza del polímero empleado. El mismo dispersante o uno diferente se puede usar para utilizar como

50 tensioactivo de espumado en la preparación posterior de la espuma.

Los dispersantes adecuados para el polímero son las sales de ácidos grasos de una longitud de cadena de carbono mayor que 12 y preferiblemente desde 18 a 36 átomos de carbono. Las sales adecuadas son las sales de metal alcalino o amonio del ácido graso, preparadas por la neutralización del ácido con la base correspondiente, por ej., NaOH, KOH, y  $NH_4OH$ . Estas sales se pueden formar in situ en la etapa de dispersión, como se describe de forma

55 más completa a continuación. El dispersante de ácido graso apropiado se selecciona para ser usado como dispersante para la etapa de fusión por extrusión para obtener el tamaño de partícula promedio deseado del polímero, adecuadamente entre 0,2-25 ( $\mu m$ ) (micrones) y preferiblemente entre 0,5-10 ( $\mu m$ ). El experimento de rutina puede determinar el tipo y cantidad de dispersante que proporciona una dispersión del tamaño de partícula promedio deseado.

60

### Tensioactivos para espumado

La creación y estabilización de la espuma durante la etapa de espumado y secado se obtiene de forma adecuada mediante la adición de un tensioactivo para espumado a la dispersión acuosa del polímero cuando se crea inicialmente la espuma. Además estos tensioactivos se pueden usar para mejorar la humectación acuosa, si se desea. Los tensioactivos para espumado adecuados se seleccionan esencialmente pero no se limitan a tensioactivos catiónicos, no iónicos y aniónicos.

Los tensioactivos aniónicos son los preferidos.

Se pueden usar tensioactivos catiónicos tales como las sales de amina primaria, sales de diamina, sales de amonio cuaternario y las aminas etoxiladas y similares como también tensioactivos no iónicos tales como etoxilados de alquilfenilo, etoxilados de alcohol lineales y secundarios del grupo alquilo que contienen más de 8 átomos de carbono.

Los tensioactivos aniónicos que se van a usar en la preparación de la espuma a partir de una dispersión previamente creada del polímero se seleccionan de forma adecuada de sales de ácido carboxílico y artículos de éter de ácidos grasos carboxílicos, preferiblemente ácidos grasos que comprenden desde 12 a 36 átomos de carbono, por ej., ácido esteárico o láurico, palmítico, mirístico, oleico, linoleico, ricinoleico, erúxico y similares. Los más preferidos son los ácidos grasos que comprenden desde 12 a 24 átomos de carbono particularmente sus sales de metal alcalino (con mayor preferencia sodio o potasio), alcanolamina o amonio. Cuando se desea una buena "mano" o tela de tipo sensación en la espuma terminada, se emplea preferiblemente un derivado de ácido graso saturado (por ej., la sal de ácido esteárico o palmítico). Otros tensioactivos aniónicos adecuados incluyen sulfonatos de alquilbenceno, sulfonato de n-alcano secundarios, sulfonatos de alfa-olefina, sulfonatos de dialquil difenileno óxido, ésteres de sulfosuccinato, isotionatos, sulfatos de alquilo lineal (alcohol) y sulfatos de éter de alcohol lineal. Se entiende que estos tensioactivos de espumado pueden o no ser diferentes a los usados para preparar la dispersión. Estos tensioactivos son útiles tanto para asistir en la formación de espuma como para ayudar a estabilizar la espuma. Los tensioactivos para espumado más preferidos, cuando se requieren, son las sales de metal alcalino (más preferiblemente sodio o potasio), mono-, di- y tri-alcanol (más preferiblemente mono-, di- o trietanol) amina y sales de amonio de lauril sulfato, sulfatos de dodecibenceno, sulfatos de alcohol etoxi, isotionatos, y la sal dibásica de N-octildecilsulfosuccinimato, como también las mezclas de las mismas.

### Etapa de dispersión

El polímero seleccionado se dispersa en agua, de forma adecuada adicionando el polímero y el o los dispersantes seleccionados en las cantidades deseadas, y de una forma medida, a la tolva de una extrusora de polímero bi-axial donde son amasados en fusión a una temperatura de aproximadamente 220 °C (aproximadamente 430 °F). Preferiblemente, cuando se usa un polímero de olefina con base de etileno, un ácido graso de cadena larga de más de 18 átomos de carbono es amasado en fusión con el polímero. A continuación se adicionan agua y base (por ej., KOH) suficiente para formar in situ la sal de ácido graso de dispersante, a aproximadamente 165 °C. (~ 330 °F), a la fusión bajo una presión de al menos 2800 kPa (410 psi) para producir la dispersión. La presión dentro del barril de la extrusora se mantiene aproximadamente a la presión de vapor saturado de aproximadamente 2000 a 3500 kPa (20 a 35 atmósferas) para evitar el "retroceso" a través del espacio entre el barril y el tornillo de la extrusora, asegurando que el espacio esté esencialmente lleno de la dispersión. A continuación la dispersión se diluye con agua desionizada en un puerto separado corriente abajo en el barril de la extrusora a aproximadamente 193 °C (380 °F) y a aproximadamente 1400 kPa (14 atmósferas) para producir una dispersión final de aproximadamente 67 por ciento de sólidos. La dispersión se conduce desde la extrusora y se recolecta, después de pasar a través de una zona de enfriamiento suave para evitar la evaporación relámpago del agua desde la dispersión, a una temperatura de aproximadamente 94 °C (~ 200 °F).

### Preparación de la espuma

Una espuma se prepara a partir de la dispersión del polímero usando un procedimiento de mezclado mecánico de corte alto para ingresar aire y otro gas en la fase acuosa de la dispersión. La cantidad de aire o gas (donde es deseable un gas además de, o a parte de, aire) a ser incorporada en la espuma comprende de forma adecuada al menos 80 preferiblemente al menos 85, y más preferiblemente al menos 90 por ciento en volumen de la espuma resultante. En general, todos los componentes a ser usados en la producción de la espuma se mezclan con suave agitación para evitar el atrapamiento del aire. Una vez que todos los ingredientes se mezclaron bien, la composición es expuesta a mezclado mecánico de alto corte. Durante esta etapa la viscosidad voluminosa aumenta a medida que el aire es atrapado dentro de la fase acuosa continua. La mezcla se mezcla hasta que se forma una espuma rígida, no fluida. Esto generalmente produce una espuma con una densidad inferior que 100 g/l. El tiempo para alcanzar esta etapa varía con la cantidad y el tipo de tensioactivo de espumado y la cantidad de corte mecánico. Todo dispositivo de mezclado mecánico capaz de poner en movimiento el aire dentro de una dispersión acuosa espesa, tal como una batidora/ mezcladora manual, mezcladora Hobart ajustada con un látigo de alambre o en una escala más grande una Cowie-Riding Twin Fowler (Cowie Riding Ltd., Patente Británica 1.390.180). Los formadores de espuma comerciales también permiten inyectar aire dentro del cabezal de mezclado de alto corte para obtener una espuma de muy baja densidad (menos que 50 g/l).

## Aditivos

La espuma de la invención puede contener materiales de relleno en cantidades, dependiendo de la aplicación para la cual están designados, oscilando desde 2 a 100 por ciento (base seca) del peso del componente polimérico. Estos ingredientes opcionales pueden incluir, pero no se limitan a, carbonato de calcio, polvo de dióxido de titanio, partículas poliméricas, esferas de vidrio huecas, fibras poliméricas tales como monofilamentos básicos con base de poliolefina y similares. La espuma diseñada para uso en los artículos absorbentes puede contener material absorbente líquido a granel, tal como fibra de algodón corta y otra fibra de celulosa distribuida de forma equitativa a través de la espuma polimérica. Aunque típicamente no se mezclan con la dispersión del polímero antes de espumar, debido a su fuerte naturaleza absorbente de agua, las partículas finas del polímero súper absorbente ("PSA"), un polímero de acrilato levemente entrecruzado, puede ser distribuido de forma equitativa sobre la superficie de la espuma justo en el momento en que está atendiendo el procedimiento de secado para proporcionar una espuma duradera con propiedades extra absorbentes sobre esta superficie cuando se seca. Sin embargo, si las partículas de PSA se tratan (por ej., con una capa superficial de polímero hidrosoluble retardado tal como, por ejemplo, un éter de hidroxipropil alquilcelulosa o una resina de polioxietileno), para reducir el índice inicial de las partículas de absorción de agua hasta después de que las espumas alcanzan el estado de espuma seca, estas partículas de PSA de "absorción retardada" pueden ser adicionadas de forma beneficiosa directamente a la dispersión de polímero antes de que se inicie el espumado.

Otros usos finales de la espuma tales como amortiguación, en particular el entramado para piso, puede beneficiarse a partir de la adición de rellenos de bajo costo tal como carbonato de calcio o polvo de dióxido de titanio, y rellenos inertes similares tales como fibras básicas poliméricas. Estos aditivos y rellenos pueden potenciar la resistencia física y/o la apariencia de la espuma compuesta resultante después del secado, como también retener o aumentar el impacto de la espuma u otras capacidades de absorción. Por ejemplo, 1-25% de este material de fibra celulosa de una longitud de fibra de 0,25-35 mm (0,01-1,6 pulg.) y preferiblemente de 0,5-30 mm (0,02-1,2 pulg.) puede ser adicionado sin perjuicio sustancial al rendimiento de absorción o a la integridad estructural de la espuma y en realidad potencia la durabilidad y la integridad estructural de la espuma. Para algunas aplicaciones de espuma, puede ser deseable incorporar uno o más antioxidantes y/u otros agentes de estabilización para potenciar la resistencia de la espuma a la oxidación y amarilleamiento de la exposición a condiciones rigurosas y climáticas.

Los polímeros de látex sintético (por ej., redes cristalinas estirénicas o acrílicas) y/u otros polímeros formadores de película también pueden ser utilizados como aditivos a la espuma para formar espumas estables y durables y puede colaborar en el procesamiento de la espuma y su conversión a espuma contribuyendo a una coalescencia potenciada de las partículas de polímero tanto a temperaturas de secado más bajas como más altas. Si se utilizan, estas redes cristalinas y otros polímeros de película se emplean de forma adecuada a niveles de 10 a 40 por ciento, sobre una base en peso seco, del polímero. Cuando se deben incorporar aditivos en la espuma, se adicionan de forma adecuada en las cantidades especificadas a la dispersión del polímero antes de prepararse la espuma en la etapa de espumado. Sin embargo, como se observó previamente, cuando se desea agregar aditivos hidrosolubles o muy higroscópicos (tal como PSA), se adicionan a la superficie de la espuma inmediatamente antes de la etapa de secado o se inyectan en la espuma duradera terminada.

Otro aditivo que se incluye preferiblemente en la espuma es un agente de absorción del olor, tal como carbón activado, para impartir las propiedades de absorción del olor a la espuma. Posteriormente la espuma se puede utilizar en varias aplicaciones donde estas propiedades son útiles, por ejemplo en artículos absorbentes de higiene personal, plantillas para zapatos, filtros de aire y similares. El agente adsorbente se utiliza de forma adecuada en una forma de partículas que se incorpora físicamente a la espuma y finalmente en la espuma terminada. La espuma se puede moldear o cortar de forma apropiada para obtener artículos de varias formas para adaptar al uso deseado. A modo de ejemplo, cuando se emplea carbón activado, las partículas se distribuyen de forma uniforme a través de la espuma mediante mezclado mecánico adecuado dentro de la dispersión y retienen dicha distribución en la espuma terminada. El tamaño promedio de las partículas adsorbentes será seleccionado para el efecto de adsorción máximo como también su capacidad para quedar distribuido de forma uniforme en la espuma antes de secarse totalmente para formar la espuma. El tamaño de partícula promedio adecuado para carbón activado es desde 1 micrómetro hasta 600 micrómetros, preferiblemente más grande que 10 micrómetros, más preferiblemente más grande que 100 micrómetros y preferiblemente más pequeño que 400 micrómetros, más preferiblemente más pequeño que 200 micrómetros. La cantidad de carbón activado a ser disperso se seleccionará según el uso final, pero típicamente es desde 2 a 18 por ciento en peso basado en sólidos de polímero seco en la dispersión, preferiblemente la cantidad usada será más grande que 4, más preferiblemente más grande que 8 por ciento y preferiblemente menor que 12, más preferiblemente menor que 10 por ciento. Las cantidades óptimas de otros materiales adsorbentes puede determinarse por el simple experimento de prueba y error, pero las cantidades excesivas pueden originar excesiva densidad de la espuma o un colapso de burbujas y esto debe ser evitado.

## Agentes estabilizantes de la espuma

Los polímeros hidrosolubles, naturales y sintéticos formadores de película tales como los seleccionados de éteres de alquilcelulosa, éteres de hidroxialquil celulosa y éteres de hidroxialquil alquilcelulosa, por ej., metilcelulosa; hidroxipropil metilcelulosa (HPMC); hidroxietil metilcelulosa (HEMC); hidroxietil celulosa (HEC); hidroxipropil hidroxietilcelulosa (HPHEC) e hidroxipropil celulosa (HPC), polioxietileno (polímeros hidrosolubles, de alto peso

molecular de óxido de etileno, preferiblemente de aproximadamente 20.000 peso molecular o más alto, tales como resinas POLYOX); productos naturales tales como goma guar, goma xantano y agentes espesantes hidrosolubles similares, serán útiles como agentes de estabilización ("estabilizantes") para la dispersión polimérica espumada. Desde 0,05, preferiblemente 0,1, y más preferiblemente 0,2 por ciento, hasta 2 por ciento preferiblemente hasta aproximadamente 1, y más preferiblemente aproximadamente 0,5 por ciento de estabilizante, basado en el peso seco de los polímeros.

#### Equipo de tratamiento y condiciones del procedimiento

La espuma y la espuma de la invención se pueden preparar usando cualquier equipo adecuado que se emplea normalmente o el espumado de líquidos acuosos y dispersiones y el secado de estas espumas. Todo dispositivo de mezclado o agitación útil para la preparación de dispersiones de partículas acuosas se puede utilizar en la preparación de la dispersión y en la posterior formulación y mezclado con tensioactivos y otros aditivos, tomando el debido cuidado de evitar la entrada de cantidades significativas de aire en la mezcla antes de comenzar el espumado. Una batidora u otro equipo de mezclado con paletas es un dispositivo adecuado de este tipo. Cuando se prepara la mezcla, el mismo dispositivo de mezclado u otro diferente se puede operar para comenzar la entrada de aire en la mezcla acuosa formulada que contiene el polímero y otros aditivos. Un formador de espuma específicamente designado tal como un formador de espuma Cowie-Riding Twin se puede usar para preparar la espuma, de modo que se pueda obtener el contenido de aire del 80 a 90 o 95% en volumen meta deseado de la espuma, dependiendo de la densidad deseada de la espuma final. La cantidad correcta de espumado y contenido de aire se puede determinar fácilmente mediante unos pocos simples experimentos. La densidad de la espuma se mide extrayendo muestras de la espuma en copas de volumen y peso predeterminado, pesando la copa llena de espuma y luego calculando la densidad de la muestra. En los formadores de espuma comerciales, se puede adicionar aire directamente al cabezal de mezclado para asistir en el desarrollo de la espuma de baja densidad. La velocidad del dispositivo de espumado puede ser incrementada o disminuida para obtener una densidad de espuma deseada.

El secado de la espuma para formar la espuma deseada puede conducirse en lotes o en modo continuo. Se pueden emplear de forma adecuada para el secado dispositivos tales como los hornos de secado por aire forzado convencionales o bancos de lámparas de calentamiento infrarrojas o dispositivos de calentamiento dieléctrica, por ej., fuentes de generación de energía de radio frecuencia, (típicamente operada a bandas de frecuencia permitidas en el intervalo entre 1-100 megaHertz) y microondas (típicamente operada a bandas de frecuencia permitidas en el intervalo entre 400 a 2500 megaHertz), que revisten un túnel o cámara en la cual se puede colocar la espuma o se la puede transportar, de una forma continua. Una combinación de estas fuentes de energía para secado se puede emplear de forma adecuada, ya sea aplicada de forma simultánea o secuencial, para secar la espuma para formar la espuma. El uso simultáneo de un dispositivo dieléctrico y un horno de secado por aire forzado es un modo preferido de operación, y para la espuma en el orden de un espesor de 0,6 cm (un cuarto de pulgada); el secado puede obtenerse tan rápido como de 45 a 90 segundos cuando el horno de aire forzado es operado a aproximadamente 75 °C, y un generador de radio frecuencia calienta la espuma hasta una temperatura interna de 45-50 °C. La temperatura de la operación de secado se selecciona según la naturaleza y el intervalo de fusión del polímero (como se determina mediante la DSC) empleada para preparar la espuma, como se describe inmediatamente a continuación. Las bandas de frecuencia de calentamiento dieléctrico, permitidas para uso industrial en varios países, están diseñadas en mayor detalle en la referencia "Foundations of Industrial Applications of Microwave and Radio Frequency Fields", Rousy, G and Pierce, S.A. (1995).

#### Etapas de secado y recuperación

La espuma se prepara de forma adecuada eliminando el elemento líquido/acuoso de una espuma preparada de la manera que enseña la invención. De forma deseable la cantidad de colapso de volumen de espuma durante esta conversión debe ser minimizada. En general, las espumas tendrán pérdidas de volumen no más grande que el 30% durante el procedimiento de secado. Las espumas de la invención se secan y se convierten a las espumas de la invención de forma adecuada calentándolas en un horno de secado por aire forzado, a temperaturas seleccionadas para secado óptimo. Típicamente la espuma se calienta hasta una temperatura entre aproximadamente 60 y 120 °C. (~440 y 250 °F). Según lo permita la naturaleza del polímero, el procesamiento se conduce a la temperatura más alta factible para eliminar el agua tan rápido como sea posible de la espuma sin destruir la viscosidad del polímero sobre la superficie de las burbujas de la espuma o causar un significativo colapso (por ej., más del 30 por ciento en volumen) de la espuma parcialmente seca. Típicamente, es deseable realizar la etapa de secado a una temperatura que se acerque pero que no exceda el intervalo de fusión del polímero. La condición deseada es obtener una temperatura donde las regiones amorfas en el polímero puedan comenzar a fusionarse mientras los seudo entrecruzamientos en el polímero, creados por las regiones cristalinas en los mismos, son todavía capaces de impartir suficiente viscosidad al polímero caliente para evitar o al menos minimizar el colapso de la espuma antes que la espuma se haya tornado totalmente "seca" en su última forma y dimensión y al menos 95 por ciento en peso del agua en la espuma haya sido expulsada.

El intervalo de fusión de un polímero se determina por técnicas de calorimetría de barrido diferencial (DSC), y las temperaturas que enmarcan la región de la endotermia de la DSC, o la endotermia final si existe más de una, justo antes de un retorno a la línea de base sobre el gráfico de barrido de DSC es el intervalo de temperatura a la cual se

debe conducir el secado de la espuma para formar la espuma terminada. Como se describió anteriormente los polímeros particularmente preferidos, cuando se usan sin otros polímeros o aditivos, se caracterizan por exhibir un gráfico de DSC específico deseable de sus endotermias.

5 En estos polímeros, la endoterminia deseada exhibe un declive positivo relativamente gradual a medida que la temperatura de barrido se incrementa pasando el máximo de la endoterminia final (es decir, el último punto de inflexión como se representa por el punto A en la curva en la figura 1, sobre una curva de DSC, donde el declive de la curva se torna positiva y la curva luego retorna al estado de la línea de base). Esto refleja un polímero de intervalo de fusión ancho más que un polímero que tiene lo que se considera generalmente que es un punto de fusión agudo. Por consiguiente, la temperatura de secado para un polímero se mantiene mejor a, o cerca de un punto (por ej., representado por el punto B en la figura 1) en la curva de endoterminia a una distancia significativa desde el retorno a la posición de la línea de base en cuyo punto una parte principal, pero no toda, de las porciones cristalinas del polímero se fusiona y las partículas del polímero se fusionan/unen. Durante el procedimiento de secado, al mantener esta temperatura, la mayoría del polímero se fusiona sin una pérdida completa de la resistencia a la tracción del polímero, y el colapso de las burbujas que de otra forma se aseguraría, si todas las porciones cristalinas del polímero debieran fusionarse rápidamente.

20 Cuando el secado se conduce con una fuente de calentamiento dieléctrica (por ej., generador de microondas), es deseable asegurarse que el líquido usado para proporcionar el elemento acuoso de una espuma contenga al menos una cantidad de traza del material iónico. Esto puede obtenerse mediante el uso de un tensioactivo iónico como el dispersante o el tensioactivo para espumado o adicionando una pequeña cantidad (por ej. 100 ppm) de sales de electrolito de metal alcalino hidrosolubles, tales como acetato de sodio, bicarbonato de potasio, o similares, a la dispersión antes o durante el espumado.

25 Cuando se debe emplear una mezcla de polímero con aditivos (incluyendo mezclas con otros polímeros termoformables) en la preparación de la espuma y la espuma de la invención, primero se genera de forma adecuada un gráfico de DSC para la mezcla. A partir de ese gráfico, se pueden observar las endotermias de la mezcla y, por consiguiente, se determina el intervalo de fusión final de la mezcla y una temperatura de secado adecuada se selecciona para convertir la espuma a espuma duradera.

30 En un procedimiento preferido para producir la espuma, la espuma se altera continuamente sobre un dispositivo transportador desde el cual se recuperará la espuma resultante. De forma alternativa, la espuma puede ser alterada directamente sobre un sustrato al cual, cuando se seca, se adherirá para formar una estructura laminada con la espuma resultante al menos sobre un lateral de ese sustrato. Si se desea, se puede aplicar un sustrato a cada superficie principal de la espuma que proporciona un "sándwich" de espuma resultante, o múltiples capas de espuma, separadas por uno o más elementos de sustrato se pueden fabricar fácilmente alternando espuma/sustrato/ espuma/ sustrato, etc. Como un asunto de elección, o bien la espuma o el sustrato pueden proporcionar las capas externas de la estructura laminada, o una capa externa de cada tipo se puede seleccionar, como lo puede percibir y preparar fácilmente un experto. Sin embargo, la espuma típicamente puede unirse a un sustrato deseado de cualquier manera convencional, por ej., por medios mecánicos, mediante el uso de adhesivos, por laminación por calor, etc.

40 En un procedimiento particularmente preferido, la espuma es alterada sobre un sustrato continuamente en movimiento (o múltiples capas de sustrato/espuma/sustrato, etc. se colocan de manera continua) y la etapa de secado se conduce de una manera continua más que por lotes. Más preferiblemente, la etapa de secado emplea al menos dos fuentes de energía, y las cuales aún con más preferencia se aplican de una manera continua. Lo más preferiblemente al menos las dos fuentes de energía se configuran de manera de permitir que el secado se realice o bien a través de una exposición simultánea o una secuencial de la espuma a esas fuentes de energía para el secado.

45 Una realización particularmente preferida de la invención es alterar continuamente la espuma sobre un sustrato, el cual tiene propiedades absorbentes de fluido y al cual el polímero en la espuma puede unirse fácilmente cuando se calienta. El secado posteriormente da una estructura de espuma laminada que crea una estructura cohesiva que comprende dos capas de diferentes materiales absorbentes. De esta manera se forma una estructura laminada con diferentes propiedades de capacidad absorbente del fluido y/o de drenaje en cada capa de laminado, desde la cual se pueden fabricar artículos absorbentes útiles. Por ejemplo una capa de sustrato de espuma polimérica termoplástica, preformada de la estructura de células alveolares deseada y el tamaño de célula deseado puede ser útil como un sustrato base. Esta capa de sustrato se produce preferiblemente y esencialmente del mismo material termoplástico que el que comprende principalmente la espuma.

55 Un medio para obtener esta estructura bicapa es preparar una primera espuma de la invención, secarla en una espuma resultante y darle la forma apropiada para su uso como la primera capa de sustrato. A continuación, sobre ese primer sustrato de espuma, se coloca una segunda espuma (igual o diferente a la primera) de la invención y se seca la segunda espuma para formar la segunda capa de espuma.

De forma alternativa, se preparan dos espumas y la primera espuma se prepara con una suficiente resistencia a la compresión vertical, de modo que la segunda espuma pueda ser colocada sobre la parte superior de la primera capa

de espuma sin una reducción significativa en el volumen de la primera capa de espuma.

Un medio para obtener suficiente resistencia a la compresión vertical en la primera capa de espuma es seleccionar una primera espuma que tenga una densidad mayor que la de la segunda capa de espuma a ser colocada sobre la misma. Otro medio para obtener la deseada resistencia a la compresión vertical es secar parcialmente la principal superficie expuesta de la primera capa de espuma sólo lo suficiente como para producir una leve piel suficiente para soportar el peso de la segunda capa de espuma sin la reducción significativa en volumen de la primera espuma. Ambas capas de espuma se secan a continuación totalmente de forma simultánea, dando por resultado una estructura laminada de espuma bicapa. En otra variante de la invención, la primera capa de espuma se prepara a partir de una espuma termoplástica de células alveolares, extrudida de un material de naturaleza igual o similar compatible con el empleado para formar la espuma a ser colocada sobre la primera espuma. De forma alternativa, la primera capa de espuma se prepara a partir de un tipo compatible aún diferente de espuma de células alveolares (por ej., una espuma de células alveolares de poliuretano) luego una capa de espuma (por ej., una espuma de células alveolares de poliolefina) se coloca sobre esta primera espuma para dar una estructura de espuma de capa dual útil.

En cualquiera de las realizaciones del laminado estructurado de la invención, dos capas diferentes de espuma que tienen estructuras de fuerza capilar diferenciada, por ejemplo, dos arquitecturas de células diferentes o espumas de diferentes tamaños de células promedio diferente, se seleccionan preferiblemente para las primeras y segundas espumas de estructura laminada. Debido a la misma naturaleza o similar de la base polimérica en las capas de espuma, se forma una buena adhesión entre ellas de modo que se forma una laminado estructurado que puede exhibir una propiedad de absorción y/o drenaje seleccionada en cada capa de la estructura debido a la diferente fuerza capilar de la espuma en cada capa.

La espuma que tiene diferentes arquitecturas celulares dentro de sí misma es una realización preferida de una estructura que exhibe fuerzas capilares diferenciadas. Este tipo de estructura proporciona una capacidad de absorción y/o drenaje diferenciada en distintas capas de la estructura. La estructura de espuma bicapa de poliolefina/poliuretano observada anteriormente, es un ejemplo de este tipo de arquitectura de célula diferenciada. Otra realización de la invención, especialmente preferida, es una espuma que tiene una porción principal de células sustancialmente elipsoidales, y que tiene su principal eje generalmente alineado de forma paralela a una superficie principal, y que yace en un plano xy, de la espuma. Esta espuma se puede preparar sometiendo la espuma duradera a calentamiento suave mientras se aplica de forma uniforme presión al menos a una superficie de la espuma con orientación a la célula. Preferiblemente, la porción principal de las células superficiales en la espuma resultante toma de manera estable una forma generalmente elipsoidal, el principal eje de estas células elipsoidales se alinea generalmente con el plano xy y aproximadamente paralelo a una superficie principal de la espuma.

Un método para obtener este formato de célula elipsoidal y la orientación del eje principal es someter la espuma duradera, preferiblemente sólo después de su secado, hasta una temperatura en el extremo inferior o al menos sustancialmente por debajo del extremo superior del intervalo de fusión de sus polímeros componentes. La espuma se calienta hasta una temperatura cerca del extremo inferior del intervalo de fusión, proporcionando suficiente calor para suavizar al menos una superficie de la espuma sin iniciar el colapso de la espuma, mientras se aplica de forma equitativa y uniforme una modesta presión a esa superficie. Se aplica suficiente calor y presión para hacer que el diámetro de estas células al menos en y cerca de esta superficie se acorten a lo largo de sus ejes z, haciendo de este modo que éstas asuman la forma de una pelota de playa "aplanada" e imparta una forma elipsoidal a aquellas células con el eje principal (más largo) de la célula tridimensional generalmente orientado perpendicular al eje z y en un plano xy de la espuma. Mientras las células por debajo de la superficie de la espuma a la cual se aplica presión y calor también pueden estar "aplanadas" en elipsoides, no es necesario hacer esto a más que una profundidad de 2 a 25 por ciento del espesor inicial de la espuma si la espuma inicialmente está destinada para uso como el núcleo de una capa única tanto para absorción como distribución del fluido en por ejemplo un artículo de higiene personal, es decir, la compresión de la espuma sólo necesita ser de aproximadamente 2, preferiblemente más que 5 y más preferiblemente más que 7 hasta menos que 25, preferiblemente menos que 20 y más preferiblemente menos que 15 por ciento de espesor. Las espumas con esta compresión proporcionan sorprendentemente capacidades de drenaje mejoradas sobre las que no han tenido un porcentaje significativo de sus células reorientadas dentro de la estructura elipsoidal. Si una espuma está destinada esencialmente para usos como componente/capa de distribución en un artículo, puede ser deseable una compresión más grande que el 50 por ciento para obtener la reorientación de la mayoría de las células dentro de la forma elipsoidal.

En la práctica, para una espuma con base de polietileno que se describe más adelante en realizaciones preferidas, la reorientación de las células en la forma elipsoidal se obtiene calentando al menos una superficie hasta una temperatura desde 40 hasta 60 °C mientras se aplica una presión adecuada. Esta presión adecuada típica (manométrica) desde 240 kPa a 830 kPag (35 a 120 psig) y preferiblemente entre 310 kPag a 620 kPag (45 a 90 psig) proporciona una espuma con suficiente estructura celular elipsoidal a o cerca de la superficie para potenciar las capacidades de drenaje vertical sobre la misma espuma sin modificar varias veces y, en forma optimizada, estas espumas modificadas pueden exhibir una altura de drenaje vertical para 0,9% de solución salina en exceso de 8 y aún de 10 cm.

Mientras que ambas superficies principales de una espuma se pueden tratar para proporcionar células con forma

5 elipsoidal, generalmente es suficiente cuando se desean ambos atributos de absorción y distribución de fluido en una espuma, tratar únicamente una superficie principal porque el objetivo esencial es obtener un perfil absorbente diferenciado sobre las dos superficies principales opuestas. Puede ser ventajoso tratar de este modo ambas superficies principales de forma simultánea, si después la espuma será cortada de forma longitudinal y aproximadamente a lo largo del plano xy-medio entre las dos superficies principales de la espuma, como se describe en mayor detalle a continuación, para proporcionar dos "medias" láminas de espuma con perfiles absorbentes similares y gradientes de tamaño celular y arquitectura desde la superficie principal original hasta el centro original de la capa de espuma.

10 Otros sustratos con los cuales se puede combinar la espuma de la invención para formar artículos cohesivos se producen preferiblemente del mismo polímero ya que comprende principalmente la espuma o una también capaz de unirse fácilmente a la misma. Ejemplos ilustrativos de sustratos adecuados son la tela tejida o no tejida; las estructuras de sustrato flojas que se generan en un procedimiento de unión del hilado por fusión o una estructura similar soplada por fusión o no tejida formada por chorro de aire o una generada por técnicas de fabricación similares; una malla tejida relativamente abierta; una lámina celulósica (por ej., papel, cartón y similar); un colchón de fibras de aislamiento de fibra de vidrio y artículos de hojas derivados; lámina o película termoplástica, tal como un pañal o una lámina de entramado de producto de higiene; una lámina plástica metalizada laminada o una película tal como la que se usa para respaldar un material de espuma de aislamiento; una tela o malla de entramado de alfombra, y similares.

15 Si se desea, una espuma o múltiples capas de espuma se pueden formar dentro de un perfil con forma, forzando la espuma a través de una matriz u otra estructura con forma que induce al perfil, antes de realizar la etapa de secado. Se puede conducir una etapa de grabado en relieve mediante la aplicación de elementos con forma sobre la cinta transportadora para la espuma durante el secado, o posteriormente en una etapa de grabado en relieve térmico separada mediante la aplicación de una cinta o rueda que transporta elementos con forma, calientes hacia la superficie principal de la espuma. En otra realización, la espuma se puede colocar en un molde caliente en el cual se proporcionan canales para conducir el vapor generado desde la espuma hacia la atmósfera ambiente. Se pueden formar artículos de espuma moldeados que tengan una forma particularmente deseada que posteriormente son útiles en la fabricación de artículos absorbentes, particularmente para aplicaciones de higiene y médicas donde a menudo se desean artículos que se moldean al cuerpo.

#### Etapa de corte de la espuma

20 Mientras que las espumas de la invención se pueden utilizar directamente extendidas y secas, particularmente en operaciones comerciales donde una lámina de espuma y la espuma resultante se pueden producir de forma continua, se desea frecuentemente formar una espuma duradera de aproximadamente dos veces el espesor de la espuma a ser usada en el artículo terminado. A continuación cortar la espuma a lo largo del eje de la dirección de flujo continuo en dos láminas de espuma de aproximadamente el mismo espesor.

30 En virtud del hecho de que una espuma normalmente se secará de forma más rápida en su superficie externa expuesta que en el interior de la espuma, el tamaño de las células alveolares sobre las superficies externas cuando se secan será normalmente más pequeño que el tamaño de las células en el interior. Este es un resultado del hecho de que habrá cierta cantidad de unión de burbujas y un alargamiento del diámetro de burbuja resultante durante la etapa de secado. El tamaño de las burbujas /tamaño de la célula final es una función de tiempo necesaria para secar la espuma y para que las partículas del polímero se fusionen para formar las paredes de la célula en la espuma final. Cuánto más tiempo, más unión de burbujas se producirá, mayor alargamiento del diámetro tendrá lugar y mayor será el tamaño de la célula final en la espuma terminada. Por consiguiente, a menos que se pueda obtener un secado uniforme a través de la espuma, habrá algún gradiente de tamaño de célula desde la superficie hacia el interior de la espuma a medida que se forma. Este resultado es deseable en muchas aplicaciones tales como aislamiento acústico, y en aplicaciones absorbentes donde la espuma necesita absorber fluido rápidamente, aún drenar fluido desde una superficie de la espuma, por ej., en pañales, artículos para incontinencia adulta o artículos para la higiene femenina, como último objetivo. Después de cortar la espuma a lo largo de un plano xy aproximadamente medio entre las superficies principales (o el "centro de la espuma"), las dos piezas resultantes de la espuma exhibirán el gradiente de tamaño de célula desde una superficie a la otra de una manera espejada para cada mitad de la lámina de espuma cortada. En el uso de la espuma cortada para aplicaciones de drenaje, la espuma es orientada de modo que las células más grandes de una superficie principal se pondrán en contacto inicialmente con la solución acuosa a ser absorbida y luego la acción capilar de las células cada vez más pequeñas que viajan hacia la otra superficie principal hará que la solución sea drenada desde la primera superficie principal y sea distribuida más cerca de la segunda superficie principal. El resultado es una superficie más seca cerca del punto de contacto inicial con la espuma, proporcionando el efecto deseado en estas aplicaciones de la espuma para pañales, médicas y de higiene.

60 Para su uso en artículos absorbentes, es levemente deseable una espuma que exhiba un gradiente de tamaño de célula entre las dos superficies principales, células más grandes en una superficie principal que permitan una rápida absorción de agresiones de fluidos y células más pequeñas en la otra superficie principal que impartan una acción de drenaje hacia el elemento de la espuma en un artículo final para sacar el fluido desde el sitio de agresión. De forma adecuada, el tamaño de la célula: el gradiente es tal que la parte principal de las células está dentro de un intervalo desde 5 preferiblemente desde 10  $\mu\text{m}$  (micrones) en una superficie principal de la espuma cortada hasta

1000, preferiblemente 1100  $\mu\text{m}$  (micrones) en la otra superficie principal. La porción principal de células en una superficie principal se halla normalmente en un intervalo entre 20 hasta 100  $\mu\text{m}$  (micrones) y la porción principal de las células en la otra superficie principal se halla en el intervalo entre 200 hasta 1000  $\mu\text{m}$  (micrones) más preferiblemente dicho gradiente varía desde las células que oscilan entre 30 y 80  $\mu\text{m}$  (micrones) en la otra superficie principal, y lo más preferiblemente dicho gradiente varía desde 30  $\mu\text{m}$  (micrones) hasta 80  $\mu\text{m}$  (micrones) en la otra superficie principal.

El gradiente de tamaño de célula puede estar influenciado por el secado más rápido y más lento de la espuma, con un secado más lento que generalmente da por resultado una espuma de gradiente de tamaño de célula más ancho y un secado más rápido en una de gradiente de tamaño más angosto. La adición de una estabilizante de espuma más efectivo, tal como éteres de hidroxialquil celulosa, o un aditivo formador de película tal como un látex sintético, puede dar por resultado una espuma con un gradiente de tamaño de célula más angosto también. El corte de la capa de espuma de una estructura laminada de sustrato / espuma/ sustrato puede dar dos laminados de espuma/sustrato, con cada laminado de una estructura similar. Otras variantes sobre este concepto pueden ser concebidas por el experto en la técnica.

15 Tamaño de la célula de espuma y procedimientos para la medición/cálculo

El tamaño de las células en la espuma duradera se determina primero obteniendo una imagen de las células usando un microscopio electrónico de barrido (SEM) para proporcionar una imagen blanco y negro de las superficies de las secciones cruzadas de la espuma. La imagen SEM luego se somete a barrido de imagen electrónica y los datos del barrido se analizan mediante el software de formación de imágenes SCION disponible de SCION Corp. para proporcionar un gráfico de tamaño de célula para un área de imagen dada. Los datos se pueden visualizar gráficamente para posteriores análisis como una función de distancia a lo largo de un eje elegido de la imagen B/N desde la cual se recolectaron los datos para visualizar la naturaleza estructural de la espuma.

Procedimientos de prueba

A menos que se indique lo contrario, los siguientes procedimientos de prueba se emplean para medir las características/comportamiento de las muestras de espuma.

Altura de drenaje vertical ("ADV") de la espuma

Esta prueba se emplea para cuantificar la capacidad de una célula alveolar para mover el fluido hacia afuera desde el sitio de agresión (es decir, el punto de contacto por el fluido de "agresión" a ser drenado). Una tira de muestra de la espuma, aproximadamente 2,54 cm (~1 pulgada) de ancho y aproximadamente 30,5 cm (~12 pulgadas) de largo se adhiere a una placa plástica usando una cinta de doble cara y posicionada adyacente y paralela, en la dirección más larga, hacia una regla y otra herramienta de medición similar de modo que la parte inferior de la tira esté posicionada con el marcador indicador 0 sobre la regla. La placa con la muestra luego se suspende sobre un baño de solución salina acuosa al 0,9% que contiene una cantidad mínima de un colorante alimenticio (para ayudar a la observación del movimiento del frente del fluido en la tira de la espuma). En el momento "cero" el baño se eleva para ponerse en contacto con el borde inferior de la tira de la espuma. La altura desde el borde inferior de la tira, del frente del fluido sobre la superficie de la tira se registra a intervalos de tiempos seleccionados, generalmente a 1, 5, 10, 30 y 60 minutos. Con el fin de acelerar y simplificar, a menudo se mide la ADV después de 5 minutos y se informa. En algunos casos, cuando la tira de muestra es inferior que 30 cm, el drenaje puede exceder la altura de la tira. En esos casos, la longitud de la tira se indica seguida de un signo "+" para indicar que la ADV excede la altura de la muestra.

Capacidad de absorbencia ("CA")

La capacidad de absorbencia se determina usando una muestra de espuma pesada previamente (peso seco). La muestra se sumerge totalmente en un baño de la misma solución de prueba acuosa al 0,9%. Una vez totalmente saturada, se elimina del baño con pinzas o una espátula. Se coloca sobre una malla de alambre duro donde el fluido en exceso se deja drenar hasta que cesa el flujo de fluido visible desde la muestra y la muestra de espuma saturada se pesa para establecer el "peso húmedo". Posteriormente se calcula la CA dividiendo la diferencia [peso húmedo - peso seco] por el peso seco de la tira.

### Realizaciones específicas de la invención

Todos los porcentajes informados son en peso, a menos que se establezca lo contrario.

50 La tabla 1 resume la composición y las propiedades de varios copolímeros de etileno que son útiles para la preparación de la espuma y la espuma. Se describe la ejemplificación de los copolímeros de etileno/1-octeno y etileno/1-buteno. Los ejemplos 1 a 5 muestran la dispersión del polímero, el espumado de la dispersión del polímero, el secado de la espuma para formar la espuma duradera y la capacidad de la espuma para absorber y drenar las soluciones acuosas salinas (por ej., muestras de sangre sintéticas y orina sintéticas, o "agresiones").

55

Tabla 1

## Composición del polímero

Designación del polímero	Contenido de Etileno/1-octeno (*otro) (% en peso)	Densidad (g/cc)	Índice de fusión ASTM D1283 [ 190 °C/2,16 kg ] (g/10 min)
1A	55/45	0,857	1
1B	58/42	0,864	13
1C	60/40	0,870	30
1D	62/38	0,870	5
1E	65/35	0,875	3
1F	67/33	0,880	18
1G	69/31	0,885	30
1H	78/22	0,902	30
1J	80/20	0,902	3
1K	70/30 *	0,865	5

\* (Etileno/1-buteno)

## 5 Ejemplo 1

### Dispersión

Una dispersión de un copolímero de etileno/1-octeno se prepara a partir del polímero 1D (Tabla 1 anterior), un copolímero que tiene contenido de etileno/1-octeno de 6238 por ciento (ENGAGE 8200, elastómero que es suministrado por DuPont Dow Elastomers), y tiene una densidad de 0,870 g/cc y un índice de fusión de 5 g/10 min (como se determina mediante el procedimiento de la ASTM D123, condición 190 °C /2,16 kg). De la manera que se describió anteriormente bajo el encabezado "Etapa de dispersión" 10.000 partes del copolímero se alimentan a la tolva de la extrusora del polímero junto con 640 partes (peso activo) de dispersante (Unicid 350, un dispersante que contiene un ácido graso de 26 carbonos de cadena como componente activo) y amasadas en fusión mediante una extrusora de husillo simple a aproximadamente 220 °C (~430 °F). De ahí en adelante dentro del barril de la extrusora de husillo doble, se adicionan 70 partes de hidróxido de potasio en 850 partes de agua desionizada a la mezcla de polímero /dispersante bajo presión y una temperatura de aproximadamente 165 °C (~330 °F). A medida que la mezcla pasa debajo del barril de la extrusora, se adiciona más agua desionizada hasta que se produce una dispersión final de aproximadamente 59 % de sólidos. La dispersión resultante se enfría hasta aproximadamente 94 °C (~200 °F) antes de salir de la extrusora y posteriormente se recupera.

### 20 Preparación del espumado

Una muestra de 196,5 partes de la dispersión antes descrita (51% activo o 100 partes de polímero sólido) se mezcla, en un recipiente de mezclado convencional y se toma cuidado de no ingresar aire mientras se mezcla, con 325 partes de una solución al 30% (0,98 de parte activa) del tensioactivo de espumado seleccionado (lauril sulfato sódico) y con 8 partes (0,33 de parte activa) de una solución acuosa al 2,5% del espesante de hidroxipropil metil celulosa Methocel E4M éter de hidroxialquil celulosa suministrado por la Dow Chemical Company, en 100 partes de agua desionizada. Se preparan pequeñas muestras de espuma con un mezclador manual de 9 velocidades KitchenAid Professional (Modelo KMH9PWH) y muestras más grandes con una mezcladora plato del tipo Hobart mezclador KitchenAid Professional (Modelo KSM50PWH) y un par de batidoras de alambre.

Después de que se prepara la mezcla inicial, se ingresa aire mediante espumado mecánico usando las mismas mezcladoras, pero ajustadas con un látigo de alambre y aumentando la velocidad de la mezcladora de medio a alto durante un período de 5 a 10 minutos, hasta que se forma una espuma rígida. La densidad de la espuma se mide pesando de una copa de papel de 89 ml (3 oz) rellena con espuma. Una vez que se alcanza la densidad deseada, se detiene el batido.

### Preparación/ secado de la espuma

35 La espuma preparada como se describió anteriormente se dispersa sobre papel antiadhesivo soportado por una

lámina de malla más rígida y se regula hasta una altura de aproximadamente 6,4 mm (0,25 pulg.) o según se desee. La espuma se coloca en un horno de aire forzado Blue M a una temperatura de secado de 60 a 74 °C (~140 a 165 °F) durante aproximadamente 65 minutos. La lámina de espuma seca, se recupera y se corta a lo largo del eje que está paralelo a las dos superficies principales para dar dos láminas de imagen en espejo de espuma que tienen pequeños tamaños de célula desde 30 hasta 100 μm (micrones) sobre sus superficies externas y un tamaño de célula más grande desde aproximadamente 250 a 80 μm (micrones) sobre sus superficies principales internas.

**Ejemplo 2**

De la manera que se describe en el ejemplo 1 anterior, se preparan las dispersiones, las muestras de espumas y de espuma. Los tipos y las características del polímero se describen en la tabla 1 anterior. El estabilizador de espuma, cualquier aditivo y tensioactivo, la composición de las dispersiones y las propiedades de las espumas se describen en las siguientes tablas 2 y 3. El polímero se selecciona de una serie amplia de elastómero ENGAGE (resina de copolímero de etileno/1-octeno), un producto disponible de DuPont Dow Elastomers, o un copolímero análogo de la misma fuente con 1-buteno sustituido con 1-octeno. El dispersante Unicid 350 es un ácido graso de 26 carbonos (longitud promedio de la cadena). El dispersante Unicid 425 es un ácido graso de 32 carbonos (longitud promedio de la cadena). Los ácidos grasos se utilizan en sus sales de potasio según se formaron en la etapa de extrusión descrita anteriormente. El tensioactivo de espumado, tensioactivo Stanfax 318, es sulfosuccinimato de sodio y el Steol CS-130 es un alquil éster sulfato de cadena larga de sodio. Los últimos dos tensioactivos, cuando se utilizan, se adicionan con agua de dilución cerca del punto de salida de la fusión de la extrusora en la etapa de extrusión descrita anteriormente.

Tabla 2

Características de la dispersión del polímero

Dispersión Designación	Dispersante (basado en % en peso) (sobre sólidos totales)	Polímero & Contenido (% en peso de sólidos)	Tamaño de la partícula (micrones)	Intervalo de temperatura de fusión de del polímero (°C)
2.1	6% Unicid 425	1A 60,2%	1,56	25-60
2.2	6% Unicid 425	1E 54,5%	1,69	30-90
2.3	6% Unicid 425	1J 53,9%	1,18	65-110
2.4	6% Unicid 350	1B 59,0%	0,55	25-70
2.5	6% Unicid 350	1C 57,2%	0,72	25-80
2.6	2% Unicid 350	1C 54,8%	1,02	ditto
2.7	6% Unicid 350	1F 55,0%	0,69	30-100
2.8	6% Unicid 350	1G 55,6%	0,71	25-100
2.9	6% Unicid 350	1H 50,6%	0,70	50-110
2.10	6% Unicid 350	1D 50,9%	0,84	30-80
2.11	2% Unicid 350	1D 53,0%	0,95	ditto
2.12	3% ácido erúxico	1D 48,4%	0,85	ditto
2.13	3% ácido oleico	1D 55,6%	2,23	ditto
2.14	2% Unicid 350 + 2% Stanfax 318	1D 55,2%	1,17	ditto
2.15	2% Unicid 350 + 4% Stanfax 318	1D 54,1%	1,05	ditto
2.16	2% Unicid 350 + 2% ácido oleico	1D 58,2%	1,56	ditto
2.17	2% Unicid 350 + 2% Steol CS 130	1D 51,8%	1,06	ditto

Dispersión Designación	Dispersante (basado en % en peso) (sobre sólidos totales)	Polímero & Contenido (% en peso de sólidos)	Tamaño de la partícula $\mu\text{m}$ (micrones)	Intervalo de temperatura de fusión del polímero ( $^{\circ}\text{C}$ )
2.18	4% Unicid 350	1K 50,1%	0,75	25-75

En las dispersiones 2.14, 2.15 y 2.17 los productos de Stanfax y Steol se adicionan para funcionar como el tensioactivo de espumado en una siguiente etapa de espumado.

### Ejemplo 3

#### 5 Preparación de la espuma y la espuma

Las muestras 3A, B, C y D de las dispersiones se preparan de forma similar como las designadas anteriormente en la tabla 2 como dispersión 2.10 y dispersión 2.12 del polímero 1D. La muestra 3A usa 6% de dispersante Unicid 350, mientras que las muestras 3B, C y D usan cada una de ellas 3% de ácido erúxico como dispersante en la preparación de la dispersión base. Cada una de las muestras de dispersión 3A-D se espuma con 1% de tensioactivo Steol CS-130, junto con 0,2% en peso activo de hidroxipropil metilcelulosa Methocel E4M de la manera que se describió anteriormente. Las espumas de los copolímeros de etileno/1-octeno se secan a aproximadamente a 75  $^{\circ}\text{C}$  (167  $^{\circ}\text{F}$ ) y la del copolímero de etileno/1-buteno a aproximadamente 60  $^{\circ}\text{C}$  (140  $^{\circ}\text{F}$ ), en un horno de aire forzado. La muestra 3D se seca de una manera levemente diferente, se coloca en un "horno" caliente infrarrojo y se pasa a través primero rápidamente, antes de ser colocada en el horno de aire forzado estándar, para completar el procedimiento de secado. Esto es útil para secar más rápidamente la superficie de la espuma que en la otra técnica. Cuando se examina usando SEM, las espumas de células alveolares de las dispersiones 3A a D exhiben un gradiente de tamaño de célula desde células pequeñas sobre la superficie externa hasta células más grandes en el interior de una muestra de la lámina de espuma. El carácter del tamaño de la célula de espuma para todas las espumas es relativamente similar, teniendo el 70% a 80% de las células un tamaño inferior que 50  $\mu\text{m}$  (micrones, 10-15% del tamaño de la célula entre 50 y 100  $\mu\text{m}$  (micrones) y 10% más grande que 100  $\mu\text{m}$  (micrones) del tamaño de la célula. La densidad de la espuma para las 4 muestras de espuma varía desde 73 g/l para la muestra 3A, 97 g/l para la muestra 3B, 44 g/l para la muestra 3C y 56 g/l para la muestra 3D.

### Ejemplo 4

Preparaciones de espuma adicionales y prueba

25 De la misma manera que el ejemplo 3, se preparan varias dispersiones diferentes, se espuman y se secan hasta espuma duradera. Las formulaciones de la dispersión y las mezclas de espuma se muestran a continuación en la tabla 3.

Prueba de altura de drenaje

30 La prueba de drenaje vertical de las espumas preparadas como se describió anteriormente se conduce durante 5 minutos de la manera en que se describió anteriormente con solución salina al 0,9%. Los resultados sugieren que los dispersantes muy hidrófobos tales como los dispersantes Unicid dan una espuma resultante relativamente hidrófoba y por lo tanto no drenan bien el fluido acuoso, pero son útiles para absorber los fluidos hidrófobos (limpieza de derrame de aceite, etc.). El drenaje acuoso típicamente mejora cuando se usa menos de un dispersante hidrófobo.

#### 35 Tabla 3

Características de la espuma del polímero

(porcentajes del componente activo, basado en el peso del polímero)

Dispersión Designación	Polímero	Dispersante & cantidad	Tensioactivo de espumado	Methocel E4M amt.	Drenaje Alt. (cm)
3.1	1A	Unicid 425 6%	Stanfax 318 1,7%	0,4%	0
3.2	1B	Unicid 425 6%	Steol CS-130 2%	0,1%	1,4
3.3	1C	Unicid 350 2%	lauril sulfato de Na 1,5%	0,3%	1,0

Dispersión Designación	Polímero	Dispersante & cantidad	Tensioactivo de espumado	Methocel E4M amt.	Drenaje Alt. (cm)
3.4	1J	Unicid 425 6%	Steol CS-130 1%	0,2%	0
3.5	1J	Unicid 350 6%	Stanfax 318 3,3%	ninguno	0,5
3.6	1D	Unicid 350 6%	Steol CS-130 1%	0,2%	0
3.7	1D	Ácido erúxico 3%	Steol CS-130 1%	0,2%	3,0
3.8	1D	Ácido erúxico 3%	Stanfax 318 1%	0,3%	1,5
3.9	1D	Ácido oleico 6%	Ninguno (ácido oleico)	0,2%	2,1
		doble finalidad			
3.10	1D	Ácido oleico 3%	(ditto)	0,2%	----
3,11	1K	Unicid 350 4%	Ácido oleico 0,4%	0,4%	0,2

### Ejemplo 5

Aditivo de relleno

5 Una muestra de la espuma se prepara de la manera que se describe para la espuma 3.7 en el ejemplo 4, anterior, salvo que aproximadamente el 14% de una fibra de algodón de 0,38 - 0,64 cm (0,15 - 0,25 pulg) de longitud de fibra promedio se adiciona a la etapa de mezclado antes de espumar la dispersión y se seca para preparar la espuma de la invención. La espuma resultante es muy uniforme, tiene excelente flexibilidad y suavidad y exhibe buena absorbencia y capacidades de rehumectación mejoradas y un carácter menos elástico y mayor resistencia, que la misma espuma sin el aditivo de la fibra de algodón.

### 10 Ejemplo 6

Estructura de laminado de espuma

15 Una muestra de la espuma se prepara de la manera que se describe para la espuma 3.7 en el ejemplo 4, anterior, salvo que la espuma preparada se altera sobre una lámina de aproximadamente 2 mm de espesor y 75 mm de ancho de una espuma de poliolefina extrudida de células alveolares (más de 80 por ciento en volumen abierta). A continuación la espuma se seca sobre esa lámina en un horno de aire forzado a 75 °C durante 30 minutos. La espuma de poliolefina extrudida se prepara por extrusión de una fusión termoplástica a través de una matriz de múltiples orificios, usando los aparatos y técnicas que se describen en las Patentes Estadounidenses 3.573.152 y 4.824.720. La mezcla de las resinas de poliolefina en la fusión termoplástica tiene un módulo flexural medio (aproximadamente 0,77 MPa (110 kpsi) por ASTM D790), y a la fusión se adicionan cantidades adecuadas de agente de nucleación, agentes sopladores y otros aditivos opcionales si se desea. Sobre la base de la fusión, como agente de nucleación se emplea 0,5% de talco, y aproximadamente 3,5% de isobutano y 4% de dióxido de carbono se emplean como agentes sopladores, para preparar la lámina de espuma de poliolefina extrudida.

25 La superficie del perfil extrudido recuperado se corta en capas finas para eliminar una delgada piel o células cerradas sobre la superficie y exponer una superficie de células alveolares de tamaño de célula promedio de aproximadamente 580 μm (micrones) (como se determina según la ASTM D2856-A). A continuación se corta una capa de espuma delgada a partir de esa superficie cortada para dar una lámina de espuma de espesor predeterminado deseado de aproximadamente 2 mm. La etapa de secado observada anteriormente origina buena adhesión de la espuma que deriva de la espuma a la superficie cortada de la espuma extrudida a la temperatura de secado a ser empleada.

### 30 Ejemplo 7

Reorientación de la estructura celular de la espuma pos secado

De la manera que se describió previamente en el ejemplo 3, una muestra de espuma se prepara a partir de una dispersión espumada de resina AFFINITY EG 8200, un copolímero de etileno/1-octeno, 62%/38% de intervalo de fusión 30-80 °C, una densidad de 0,870 g/cc y 5 g/cc de índice de fusión (ASMD 1238 @190 °C/2,16 kg) disponible de la Dow Chemical Company. Una dispersión de la misma que tiene aproximadamente 55% en peso de sólidos de polímero (seco) y un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 1µm (micrón), preparada usando 2% de dispersante Unicid 350 y 2% de tensioactivo para espumado Hystrene 4516 (una mezcla de ácidos grasos de alta pureza, que comprende típicamente 5% de ácido esteárico, 42% de ácido palmítico y 0,5 a 1,5% de cada uno de los ácidos margárico, mirístico y pentadecanoico disponibles de Humko Chemical Div. de Witco Corp., Memphis, Tennessee, y a continuación neutralizada con hidróxido de potasio para formar las sales de ácido) se espuma, se altera sobre una cinta transportadora y en adelante se seca para dar una espuma de densidad de aproximadamente 0,025 g/cc. El secado se lleva a cabo de forma continua transportando la espuma a través de un horno de aire forzado Blue M a una temperatura de aproximadamente 75 °C. El tiempo total en el ambiente de secado es de 7 a 9 minutos, en promedio. La capa de lámina de espuma resultante es alimentada a velocidades entre 150 a 750 cm/min. (5 y 25 pies/min) a través de la ranura de los dos rodillos. Un rodillo (recubierto con goma) se enfría y se pone en contacto con la superficie principal de la espuma a una temperatura de 22 °C, mientras se calienta el segundo rodillo (acero) para ponerse en contacto con la superficie principal opuesta a temperaturas variables entre 22 y 55 °C ( ~72 a 131 °F). La presión aplicada a la capa de lámina de espuma mediante los rodillos, de una manera sustancialmente uniforme a través de cada superficie principal, varía entre 70 kPa hasta 500 kPa, presión manométrica (10 psig a 80 psig). El espesor de la lámina original oscila desde 3,42 hasta 3,78 mm. Después que se calienta la lámina, se comprime y se enfría, las muestras se miden para su reducción en espesor entre las superficies principales. Luego las tiras duplicadas se cortan a partir de cada muestra y se someten a la prueba de ADV como se discutió previamente. Las condiciones de calor y presión y las propiedades de las muestras de espuma procesada se registran en la tabla 4 que se encuentra a continuación. Un signo "+" indica que la ADV excede la longitud de las tiras de muestra. La espuma a partir de la espuma producida como se describió, usando las sales de ácido graso de cadena larga (por ej., Hystrene 4516) tiene una "mano" tipo tela, que es una superficie suave, tipo tela, que se imparte a la espuma terminada, en contraste con las espumas producidas a partir de la espuma que no contiene estos ácidos grasos.

Tabla 4  
Condiciones de tratamiento de la espuma y características de la ADV resultante

Muestra *	Velocidad del rodillo (pies/min (m/min))	Presión del rodillo (psig/kPag)	Temp. del rodillo (°C)	Espesor de la espuma original (mm)	Compresión del espesor +5 minutos (mm)	% del espesor original	Espesor		Compresión + 48 hs. Muestras	
							Compresión + 24 horas (mm)	Compresión + 48 horas. (mm)		% del espesor
1,2	(5)/1,5	(10)/ 69	22	3,64	3,22	88	3,32	3,30	91	1,6
3,4	(5)/ 1,5	(30)/ 207	22	3,76	3,41	90	3,55	3,57	95	1,65
5,6	(5)/ 1,5	(80)/ 552	22	3,61	3,38	93	3,48	3,48	97	1,65
7,8	(5)/ 1,5	(80)/ 552	38	3,49	2,99	85	3,29	3,19	91	2,25
9,10	(5)/ 1,5	(80)/ 552	47	3,42	2,26	66	2,43	2,46	72	9,1+
11,12	(5)/ 1,5	(80)/ 552	50	3,57	2,04	57	2,06	2,05	57	9,1+
13,14	(5)/ 1,5	(80)/ 552	55	3,61	0,86	24	0,86	0,88	24	10+
15,16	(10)/ 3,1	(80)/ 552	55	3,51	1,90	54	1,92	1,90	54	8,5
17,18	(18)/ 5,5	(80)/ 552	55	3,72	2,42	65	2,49	2,65	68	10+
19,20	Control	Sin compresión	--	3,64	--	--	--	--	--	1,15

\* Datos del promedio de dos muestras.

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Una espuma estable, acuosa que consiste esencialmente en a) uno o más copolímeros o interpolímeros de etileno y/o 1-propeno con otros monómeros seleccionados de olefinas C<sub>4</sub> a C<sub>10</sub> y tiene un contenido de etileno o 1-propeno desde 2-98 por ciento en peso; b) agua; c) un tensioactivo para formar espuma, y d) un gas; donde los componentes comprenden a) 35 a 75 por ciento, b) 35 a 75 por ciento y c) 1 a 6 por ciento del peso combinado de a), b) y c), y d) está presente en una cantidad de modo que d) comprende al menos 80 por ciento del volumen total de todos los componentes presentes en la espuma, y
- en donde la espuma incluye opcionalmente:
- 10 e) un estabilizante de espuma seleccionado de: éteres de alquilcelulosa, éteres de hidroxialquil celulosa, éteres de hidroxialquil alquilcelulosa, goma guar, goma xantano, y resinas de polioxietileno de al menos un peso molecular de 20.000, dicho componente e) presente en la cantidad de 0,05 a 2 por ciento basado en el peso seco del componente a) polímero.
2. La espuma de la reivindicación 1, en donde el componente a) es un copolímero de etileno con un comonómero de alfa olefina de 3 a 10 átomos de carbono.
- 15 3. La espuma de la reivindicación 3, en donde el comonómero de alfa-olefina se selecciona de 1-propeno 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno y el componente a) tiene un índice de fusión entre 0,5 y 30 g/10 min según se determina mediante la ASTM D1238 (condición 190 °C/2,16 kg)
4. La espuma de la reivindicación 1, en donde el gas es aire.
- 20 5. Un laminado que comprende al menos una capa de la espuma de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 y al menos una capa de sustrato sobre la cual dicha capa de espuma se coloca, altera o dispersa.
6. Un laminado de la reivindicación 5, en donde al menos la única capa de sustrato se prepara a partir de una segunda espuma, una espuma de células alveolares preformada, una lámina o película termoplástica, una tela tejida o no tejida, o un material unido por fusión o soplado por fusión.
7. Un procedimiento para producir una espuma de células alveolares duradera que comprende las etapas de:
- 25 (1) generar la espuma de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4;
- (2) de ahí en adelante someter dicha espuma al menos a una fuente de energía de secado para proporcionar una espuma de células alveolares duradera, de una manera que el volumen de dicha espuma resultante consiste en menos que 70 por ciento en volumen del volumen de dicha espuma; y
- (3) de ahí en adelante recuperar la espuma de células alveolares duradera.
- 30 8. El procedimiento de la reivindicación 7, en donde en la etapa (2) la fuente de energía de secado se selecciona de un generador de aire caliente, un generador de rayos infrarrojos, un dispositivo de calentamiento dieléctrico, y cualquier combinación o multiplicidad de los mismos.
9. El procedimiento de la reivindicación 8 caracterizado además por que la espuma se genera de forma continua y de ahí en adelante dicha espuma se somete continuamente al menos a la única fuente de energía de secado.
- 35 10. El procedimiento de la reivindicación 9 caracterizado además por que dicha espuma en el paso (2) se somete a una combinación de al menos dos fuentes de energía de secado, ya sea de forma simultánea o en secuencia.
11. El procedimiento de la reivindicación 10, en donde en la etapa (2) las fuentes de energía de secado se seleccionan al menos de un generador de aire caliente, al menos un generador de rayos infrarrojos, y al menos un dispositivo de calentamiento dieléctrico.
- 40 12. El procedimiento de la reivindicación 7 caracterizado además por que antes de o después de la recuperación de la espuma de células alveolares, al menos sobre una superficie principal, se somete al calentamiento que suaviza sustancialmente toda la superficie principal hasta una distancia de al menos 2 por ciento del espesor inicial de la espuma por debajo de la superficie, y mientras se suaviza de esta manera, una porción principal de esta superficie principal es comprimida con una presión suficiente como para convertir una pluralidad de células, en o cerca de esa superficie principal, a una forma elipsoidal tridimensional cuyo principal eje está alineado generalmente paralelo a dicha superficie principal.
- 45

Figura 1.

