

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 487 528**

51 Int. Cl.:

B32B 1/00 (2006.01)

B29C 41/14 (2006.01)

A41D 19/00 (2006.01)

B29C 41/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.02.2009** **E 09839495 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.05.2014** **EP 2393650**

54 Título: **Producción de films elastómeros**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.08.2014

73 Titular/es:

DIPTECH PTE LIMITED (100.0%)
143 Cecil street, Nr. 08-01/02 GB Building
Singapore 069542, SG

72 Inventor/es:

FOO, KHON PU

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 487 528 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

Producción de films elastómeros.

5 CAMPO

La presente invención se refiere a métodos para producir films elastómeros. El método puede utilizarse para producir artículos de film elastómero tales como guantes.

10 ANTECEDENTES

Artículos elastómeros tales como guantes pueden fabricarse a partir de caucho natural o equivalentes sintéticos. El proceso común de fabricación implica sumergir un molde conformado en un tanque que contiene el látex de caucho natural o polímero sintético para formar un film elastómero sobre el molde.

15 Un proceso de inmersión simple puede producir films elastómeros con una alta probabilidad de tener o desarrollar defectos, tales como puntos débiles o picaduras. Esto puede causar problemas para productos tales como guantes, dado que los puntos débiles o picaduras pueden exponer al usuario a infección o permeación de productos químicos dependiendo de la aplicación. Teóricamente, pueden realizarse inmersiones múltiples a fin de evitar o limitar el riesgo de defectos tales como éstos, pero los films elastómeros producidos son generalmente más gruesos, lo cual es indeseable para productos tales como guantes debido a la sensibilidad reducida para el usuario. Otro problema asociado con los métodos de inmersión múltiple es que puede existir una adhesión pobre entre las capas individuales de film elastómero, lo cual aumenta el riesgo de defectos de picadura/barrera y puede reducir la durabilidad del film elastómero debido a desestratificación entre las capas individuales. Un problema adicional puede ser una retención pobre de la composición de látex sobre la capa previamente sumergida sobre el molde.

El documento WO2007011309 da a conocer un método para producir un film elastómero multi-estratificado por inmersión de un molde en una composición que tiene un contenido total de sólidos entre 5% y 20%, donde la primera capa de recubrimiento se seca sustancialmente antes del paso de inmersión subsiguiente.

30 El documento EP 1.398.131 da a conocer un proceso de moldeo por inmersión múltiple que utiliza un mandril giratorio sumergido en una composición que comprende al menos un material polímero sea en estado líquido, o disuelto o dispersado en un disolvente, en donde el recubrimiento polímero se seca parcialmente mientras se hace girar el mandril entre cada inmersión y la inmersión subsiguiente.

35 Existe necesidad de desarrollar un método mejorado para producción de productos de film elastómero multicapa, tales como guantes, que dé como resultado la producción de productos con cualidades mejoradas.

40 Es deseable que el proceso sea susceptible de aplicación a una amplia gama de composiciones polímeras para formación de films elastómeros. En algunos casos es deseable que el producto esté exento de productos químicos irritantes, con inclusión de aceleradores en particular. Cuando no se utilizan aceleradores, el proceso necesita ser susceptible de formar films y artículos elastómeros que tengan todavía las propiedades requeridas del espesor deseado, recubrimiento satisfactorio de las capas de film sobre capas subyacentes, minimización de defectos de picadura, resistencia mecánica, durabilidad y/o ausencia de desestratificación entre las capas individuales.

45 SUMARIO

Con arreglo a la presente solicitud, se proporciona un método para producir un film o artículo elastómero multi-estratificado, comprendiendo el método:

- 50 (i) sumergir un molde en una composición para producir un film elastómero que tiene un contenido total de sólidos comprendido entre 5% y 40%, a fin de producir una capa de composición de film elastómero sobre el molde,
- 55 (ii) secar parcialmente la capa de composición de film elastómero sobre el molde para reducir el contenido total de agua de la composición de film elastómero hasta un nivel no inferior a 22%,
- (iii) sumergir el molde recubierto con la capa de composición de film elastómero parcialmente secada en una composición para producir un film elastómero que tiene un contenido total de sólidos comprendido entre 5% y 40% a fin de producir una capa ulterior de composición de film elastómero sobre el molde,
- (iv) repetir opcionalmente el paso de secado parcial (ii) y el paso de inmersión ulterior (iii), y
- 60 (v) secar y curar las capas de composición de film elastómero sobre el molde.

El film o artículo elastómero puede encontrarse en forma de un guante, condón, globo u otro producto. Cuando el artículo elastómero es un guante, el molde es convenientemente un guante o molde en forma de mano.

La presente solicitud proporciona también films y artículos elastómeros, tales como guantes, condones o globos, producidos por el método.

El método puede comprender adicionalmente los pasos de:

- (a) sumergir el molde en un coagulante que contiene iones multivalentes en solución,
- (b) secar o secar parcialmente el molde sumergido en el coagulante,

antes del paso (i).

Típicamente, durante el paso de secado parcial (ii), la temperatura máxima de la superficie del film de la composición de film elastómero sobre el molde está comprendida entre 25°C y 85°C.

La Solicitante ha encontrado que es muy importante secar sólo parcialmente cada capa de composición de film elastómero sobre el molde antes de aplicar una capa subsiguiente de composición de film elastómero. En particular, la Solicitante ha encontrado que es importante que el contenido de agua en la composición de film elastómero secada parcialmente sobre el molde no sea menor que 22% cuando el molde se sumerge de nuevo para formar una capa ulterior. El contenido de agua no inferior a 22% refleja que algo de líquido queda en la capa de composición de film elastómero.

Este contenido de agua hace posible que las capas subsiguientes de composición de film elastómero se apliquen y se adhieran, se propaguen uniformemente y penetren en la capa subyacente, para contribuir a la evitación de defectos en forma de puntas de alfiler o de barrera y desestratificación en el film. Esto contribuye también a la durabilidad del film. Previamente, se consideraba necesario secar por completo cada capa de la composición de film elastómero cuando se preparaba un film elastómero multiestratificado. Sin embargo, esto no es el caso, y se siguen propiedades sorprendentemente mejoradas del secado parcial de la composición de film elastómero en las condiciones a que se hace referencia en el paso (ii) antes de la aplicación de capas subsiguientes de la composición de film elastómero.

La inmersión se realiza al menos dos veces, con el paso intermedio de secado parcial como se ha descrito arriba. Como se indica en el paso (iv), los pasos (ii) y (iii) pueden repetirse opcionalmente una o más veces, para producir films y artículos que comprenden 3 o más capas. El film o artículo elastómero final puede comprender, por ejemplo, 2 a 15 capas, preferiblemente 2 a 10 capas, más preferiblemente 3 a 6 capas de la composición.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

El método para producir films o artículos elastómeros multiestratificados es adecuado para fabricación de guantes de polímero, con inclusión de "guantes desechables". Convencionalmente, los guantes de polímero se utilizan para evitar contaminación, a saber en la manipulación de alimentos o en hospitales en los que existe el riesgo de transmisión de infecciones por contacto con sitios de infección. Los guantes de polímero se utilizan también para evitar la transmisión de enfermedades por contacto de la piel entre paciente y examinador, cuando se lleva a cabo un examen físico.

Los guantes desechables son usualmente más delgados que los guantes no desechables, donde el coste reducido de fabricación de un guante más delgado significa que es eficaz en costes desechar el guante después de un solo uso o varios usos. Los guantes de mayor duración tienden a ser más gruesos, para mayor durabilidad y vida útil. Utilizando el método de la presente solicitud pueden producirse tanto guantes desechables como guantes de mayor duración.

Las propiedades físicas de los guantes desechables incluyen usualmente un ajuste apretado cómodo de un film elastómero delgado para facilitar la sensibilidad al tacto por el usuario. Al mismo tiempo, se requiere una elongación suficiente para asegurar que el guante pueda estirarse a fin de facilitar la inserción de la mano del usuario en el guante con relativa facilidad y sin deterioro del guante. Otras propiedades importantes son la minimización de efectos de barrera tales como picaduras.

El método de la invención puede utilizarse también para formar otros artículos elastómeros tales como condones y globos.

COMPOSICIÓN

La composición para producir un film elastómero comprende adecuadamente una dispersión o emulsión de un polímero formador de elastómero en un líquido. La composición comprende generalmente un polímero formador de elastómero y un agente de reticulación en un medio líquido. El medio líquido es típicamente agua, aunque pueden utilizarse otros disolventes. Pueden estar presentes también en la composición un emulsionante y otros componentes opcionales, como se describe con mayor detalle más adelante.

El contenido total de sólidos de la composición para formar el film elastómero está comprendido entre 5% y 40% en peso de la composición. El porcentaje de contenido total de sólidos (TSC%) puede variar dentro de este intervalo. Los sólidos se diluyen con líquido (tal como agua) hasta alcanzar la concentración deseada. Generalmente, para formar un tipo de guante delgado o desechable, el contenido total de sólidos se aproximará al extremo inferior de este intervalo - y dentro de uno de los intervalos siguientes: 2-30%, 4-30%, 4-20%, 5-20%. Para formar guantes más gruesos, el contenido total de sólidos tenderá a ser mayor, o el guante se producirá a partir de muchas más capas. Así, para guantes más gruesos, el contenido total de sólidos tenderá a estar dentro de uno de los intervalos siguientes: 4-40%, 5-40%, 5-30%, 5-20%, 10-40%, 10-30%, 15-40% y 15-30%.

Polímeros formadores de elastómeros

Los polímeros formadores de elastómeros incluyen caucho natural y polímeros sintéticos formadores de elastómeros, que pueden estar reticulados para producir films elastómeros. El polímero puede ser un solo polímero o una combinación de dos o más polímeros. El polímero puede ser un homopolímero o un copolímero.

El polímero sintético formador de elastómero puede ser un polímero que contenga grupos libres reticulables iónicamente, grupos reticulables covalentemente, o una combinación de ambos. Ejemplos de grupos reticulables iónicamente son ácidos, con inclusión de carboxilatos, sulfonatos y anhídridos de ácido, y un ejemplo de un grupo reticulable covalentemente es un enlace doble.

Polímeros sintéticos formadores de elastómeros incluyen copolímeros producidos por copolimerización de monómeros diénicos conjugados y monómeros ácidos etilénicamente insaturados (siendo un ejemplo de un copolímero de este tipo el poliacrilonitrilo-butadieno carboxilado), poliisopreno, policloropreno y/o poliuretano. Dentro de la gama de monómeros diénicos conjugados, son ejemplos 1,3-butadieno, isopreno, 2,3-dimetil-1,3-butadieno, 2-etil-1,3-butadieno, 1,3-pentadieno, cloropreno y acrilonitrilo. En lo que respecta a monómeros ácidos etilénicamente insaturados, el grupo ácido puede ser un grupo carboxilo, un grupo ácido sulfónico o un grupo anhídrido de ácido. Ejemplos de monómeros ácidos etilénicamente insaturados incluyen ácido acrílico o ácido metacrílico; ácido itacónico, ácido maleico, ácido fumárico, anhídrido maleico, anhídrido citracónico, ácido estirenosulfónico, fumarato de monobutilo, maleato de monobutilo, maleato de mono-2-hidroxipropilo, y sales de metal alcalino o de amonio de los mismos.

Un ejemplo notable de un polímero sintético formador de elastómero es poliacrilonitrilo-butadieno carboxilado. Este puede producirse como una mezcla de látex de nitrilo carboxilado y caucho nitrilo-butadieno.

En la técnica de la presente invención, es común hacer referencia a la cantidad del polímero formador de elastómero como 100 phr (por cien partes de "caucho"), y que las cantidades relativas de los componentes restantes de una composición para producir un film elastómero se calculen como número de partes comparado con las 100 phr del polímero formador de elastómero, en peso. Así, para una cantidad de agente de reticulación que es una centésima parte de la del polímero formador de elastómero en la composición en peso, la cantidad de agente de reticulación se designa como 1,0 phr.

Es también común en la técnica utilizar la expresión "látex" o "caucho" para hacer referencia a cualquier polímero formador de elastómero en un sentido general. De acuerdo con ello, particularmente en los ejemplos que siguen, debe entenderse que estos términos se han utilizado como notación abreviada para hacer referencia al polímero de la composición de inmersión.

Agentes de Reticulación

Los polímeros formadores de elastómero pueden reticularse con uno o más agentes de reticulación a fin de producir el film elastómero. Pueden utilizarse diversos tipos de agentes de reticulación.

Los aceleradores son una subclase de agentes de reticulación que liberan azufre, o actúan con compuestos que contienen azufre, para acelerar la reticulación covalente basada en azufre del polímero formador de elastómero. Generalmente, los aceleradores pueden ser ventajosos dado que acortan el tiempo de curado (vulcanización),

rebanan la temperatura de curado o reducen la cantidad de agentes de reticulación requerida para ser utilizada en la composición. Sin embargo, como aspecto negativo, los aceleradores pueden dar lugar a reacciones alérgicas, tales como dermatitis alérgica por contacto con síntomas que incluyen eritema, vesículas, pápulas, prurito, ampollas y/o formación de costras. Ejemplos de aceleradores incluyen los carbamatos (v.g. dibutil-ditiocarbamato de cinc);

5 tiurams (v.g. disulfuro de tetraetiltiuram (TMTD) y difeniltiurea); tiazoles (v.g. 2-mercaptobenzotiazol de cinc (ZMBT)); guanidinas (v.g. difenilguanidina) y aceleradores basados en aldehído/amina (v.g. hexametenotetramina). Otros ejemplos son bien conocidos en la técnica y pueden obtenerse de diversas fuentes disponibles públicamente.

10 Otra clase de agentes de reticulación son los agentes de reticulación iónicos, que incluyen óxidos y peróxidos metálicos (orgánicos e inorgánicos). Estos operan por reticulación iónica de grupos reticulables iónicamente en el polímero formador de elastómero. Por ejemplo, cuando el polímero formador de elastómero es poliácridonitrilo-butadieno carboxilado, un reticulador de óxido metálico actúa reticulando iónicamente los grupos ácido carboxílico. Ejemplos de agentes de reticulación adecuados de óxidos metálicos incluyen los agentes de reticulación de óxidos

15 metálicos divalentes, tales como óxido de plomo, óxido de magnesio, óxido de bario, óxido de cinc y mezclas de los mismos. Un ejemplo de un agente reticulador de peróxido es 1,1-di(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, que puede adquirirse bajo el nombre comercial Trigonox 29-40B-pd. También pueden utilizarse combinaciones de estos agentes de reticulación.

20 Una clase adicional de agentes de reticulación son los agentes de reticulación covalentes, que incluyen azufre y agentes de vulcanización que contienen azufre. Estos actúan por reticulación covalente de enlaces dobles insaturados presentes en el polímero formador de elastómero. El azufre puede estar presente en forma de azufre elemental. El azufre puede ser donado también por compuestos orgánicos Sulfurados, por ejemplo TMTD (disulfuro de tetrametiltiuram). Los donantes de azufre tales como éste es probable que conduzcan a alergias por productos químicos y se prefiere mantener su uso en un mínimo en la fabricación de guantes cuando el contenido alérgico es

25 un problema. Así pues, si se utiliza, el azufre está presente preferiblemente en la forma de azufre elemental.

Generalmente, el grado de reticulación determina la elasticidad del film elastómero. Por tanto, la cantidad y tipo de agente de reticulación contribuirá al grado de reticulación y la elasticidad del film elastómero final.

30 Para agentes de reticulación iónica tales como los agentes de reticulación de óxidos y peróxidos metálicos, cuando se utilizan, la cantidad está comprendida preferiblemente en el intervalo de 0,2-8,0 phr. La cantidad de agente de reticulación de óxido metálico está comprendida convenientemente dentro de uno de los intervalos siguientes: 0,2-5,0 phr, 0,2-4,0 phr, 0,2-1,5 phr, 1,0-4,5 phr, 0,5-1,5 phr, 0,8-1,6 phr, 0,8-1,2 phr o 1,5-5,0 phr.

35 En algunas realizaciones, la composición para producir un film elastómero está exenta de azufre. En otras realizaciones, el agente de reticulación comprende azufre. El azufre requiere alta energía durante el curado (por tanto alta temperatura y/o tiempo de curado) comparado con otros agentes de reticulación. Sin embargo, el azufre proporciona al guante mayor resistencia química, y por tanto puede ser deseable por esta razón. La cantidad de azufre en la composición puede estar comprendida en el intervalo de 0-5,0 phr, y cuando está presente, desde 0,01

40 a 5,0 phr, 0,01-3,5 phr, 0,01-3,0 phr, 0,01-2,0 phr o 0,01-1,0 phr o 0,01-0,5 phr para composiciones exentas de acelerador. Cuando la composición incluye también acelerador, la cantidad de azufre está comprendida convenientemente entre 0,0-3,5 phr, tal como 0,01-3,0 phr, 0,01-2,0 phr, 0,01-1,5 phr, 0,01-1,0 phr o 0,01-0,5 phr.

45 De acuerdo con una realización, la composición para producir el film elastómero está exenta de acelerador.

De acuerdo con otra realización, la composición comprende un acelerador. Cuando está presente un acelerador, la composición puede estar exenta de otros agentes de reticulación.

50 La cantidad de acelerador está comprendida convenientemente entre 0,1 y 2,0 phr, tal como entre 0,1 y 1,5 phr, 0,1-1,0 phr, 0,2-1,0 phr, 0,3-2,0 phr, 0,3-1,5 phr o 0,2-0,6 phr.

Preparación de la composición

55 La composición para producir un film elastómero puede prepararse por mezcla del polímero formador de elastómero con un agente de reticulación, y opcionalmente uno o más aditivos, en un líquido (v.g. agua).

Aditivos adecuados que pueden incluirse en la composición pueden incluir uno o más aditivos seleccionados del grupo constituido por estabilizadores, emulsionantes, antioxidantes, agentes de vulcanización, iniciadores de

60 polimerización, pigmentos, cargas, agentes colorantes y sensibilizadores.

La preparación de la composición incluye pasos conocidos en la técnica, y la composición se puede preparar de manera convencional. Por ejemplo, el polímero formador de elastómero puede diluirse con una solución de un

estabilizador, tal como hidróxido de potasio, hidróxido de amonio y/o hidróxido de sodio. La cantidad de estabilizador utilizada depende del polímero sintético empleado, el pH de la composición y otros factores. El estabilizador puede estar comprendido entre 0,1 y 5,0 phr, v.g. 0,5 a 2 phr, preferentemente 1,0 a 1,5 phr, que se diluye con agua, preferiblemente agua filtrada.

5 Una solución diluida de estabilizador puede mezclarse con el polímero formador de elastómero. El pH de la mezcla se ajusta convenientemente a un valor comprendido entre 8,5 y 10,5, tal como un pH entre 9,0 y 10,0. El o los agentes de reticulación puede(n) añadirse luego a la mezcla.

10 pueden añadirse antioxidantes, por ejemplo Wingstal L (el producto de p-cresol y dicitopentadieno). El antioxidante puede añadirse, por ejemplo, en una cantidad comprendida entre 0,1 y 5,0 phr, 0,1-3,0 phr, 0,1-1,0 phr o 0,3-0,5 phr. Pueden añadirse pigmentos tales como dióxido de titanio, seleccionado por su pigmentación, a fin de reducir la transparencia del film elastómero final, en cantidades comprendidas entre 0,01 y 10,0 phr, tales como 1,5-2,0 phr, y pueden añadirse también colorantes en las cantidades deseadas. La mezcla se diluye luego a la concentración de sólidos totales diana dentro del intervalo de 5%-40% (o dentro de cualquier intervalo más estrecho como se ha descrito previamente) por la adición de un líquido, tal como agua.

Los sensibilizadores son productos químicos que pueden utilizarse en las composiciones para producir films elastómeros a fin de controlar la cantidad de la composición que se mantendrá como recubrimiento sobre el molde durante la inmersión. Ejemplos de sensibilizadores conocidos en la técnica que pueden utilizarse en la composición para producir un film elastómero incluyen poli(vinil-metiléter), polipropilenglicol, nitrato de amonio y cloruro de amonio. Cuando se utiliza, la cantidad de sensibilizador se seleccionará basándose en el espesor de film que se desea mantener sobre el molde durante la inmersión, y generalmente estará comprendida entre 0,01 y 5,0 phr. Para films más delgados, la cantidad estará comprendida generalmente entre 0,01 y 2,0 phr, v.g. 0,1 a 1,0 phr. Cuando se utilizan otras técnicas para controlar el espesor del film sobre el molde, tales como el uso de pre-inmersión del molde en coagulante antes de realizar la inmersión múltiple en la composición para producir el film elastómero, la composición para producción de un film elastómero puede no comprender un sensibilizador.

Producción de Film Elastómero

30 La fabricación del film elastómero puede utilizar equipo convencional.

Paso opcional (a). Inmersión del molde en un coagulante que contiene iones multivalentes en solución

35 Un molde adecuado, que está basado en la forma del artículo a producir (v.g. plano para un film o en forma de mano para un guante) puede sumergirse en un coagulante que contiene iones multivalentes en solución. La inmersión del molde en un coagulante que contiene iones multivalentes deja sobre la superficie del molde un recubrimiento delgado de los iones cargados. El recubrimiento de iones cargados puede ayudar a controlar la cantidad de composición para formar el film elastómero que se mantendrá subsiguientemente sobre la superficie del molde después de la inmersión en la composición, por interacciones de carga.

Los iones multivalentes pueden ser catiónicos (como en el caso de, por ejemplo, coagulantes que contienen ion calcio) o aniónicos, y la elección estará basada en la identidad del polímero elastómero.

45 Generalmente, las soluciones de iones metálicos multivalentes que contienen cationes multivalentes son adecuadas para una extensa gama de polímeros elastómeros. Ejemplos de tales iones multivalentes de sales metálicas son calcio, magnesio, bario, cinc y aluminio. Los iones de carga opuesta pueden ser haluros (tales como cloruro), nitrato, acetato o sulfato, entre otros. En el caso de los coagulantes que contienen ion calcio, los iones calcio pueden proporcionarse como una solución de nitrato de calcio o cloruro de calcio.

50 El coagulante puede incluir también cualesquiera otros agentes, tales como agentes humectantes, agentes antiadherencia y/o agentes de desprendimiento del molde, tales como emulsiones de silicio, agentes de desprendimiento del polímero y estearatos metálicos, ejemplos de los cuales son estearatos de cinc y calcio.

55 La concentración de iones multivalentes puede estar comprendida en términos generales en el intervalo de 1,0-50% en peso de la solución coagulante (medida como el compuesto del ion multivalente en la solución de los iones multivalentes), dependiendo del espesor deseado de las capas de film elastómero y el número de capas a aplicar. En el caso de capas más delgadas, la concentración está comprendida convenientemente en el intervalo de 1,0-20%, 1,0-15%, 1,0-12%, 1,5-20%, 1,5-15%, 1,0-10%, 1,5-10%, 4-10%, 5-10%, 5-35%, 7-40%, 8-50% y 5-45%. Las cantidades de otros componentes tales como agentes de humidificación y antiadherentes, son dependientes de las propiedades deseadas por el uso de estos agentes, y variarán de acuerdo con ello.

La duración o tiempo de residencia del molde en el coagulante está comprendida convenientemente entre 1 y 30 segundos. En algunas realizaciones, el tiempo de residencia del molde en el coagulante es 1 a 10 segundos. En algunas realizaciones, el tiempo de residencia del molde en el coagulante puede ser mayor que 30 segundos. La temperatura del coagulante en el que se sumerge el molde puede ser, por ejemplo, entre 30°C y 80°C.

Antes de la inmersión del molde en el coagulante, el molde puede someterse a calentamiento. El calentamiento puede formar parte de un procedimiento preliminar de lavado y secado del molde. El molde puede calentarse en este caso a una temperatura de la superficie comprendida en el intervalo de 25°C a 85°C, por ejemplo una temperatura comprendida en el intervalo de 30°C a 70°C.

Paso opcional (b). Secado o secado parcial del molde sumergido en coagulante

Si el molde se sumerge en un coagulante; después de este paso el molde se seca o se seca parcialmente.

El secado (o secado parcial) es un paso que puede repetirse en varias etapas durante la producción del film o artículo elastómero multiestratificado. En cada paso de secado o secado parcial, el secado puede realizarse por cualquier método o equipo adecuado conocido en la técnica, con inclusión de la aplicación de aire caliente o calor radiante, o una fuente de radiación de secado tal como radiación infrarroja (IR) y radiación en el infrarrojo lejano. Esto puede realizarse en un horno o cualquier otro equipo o ambiente de secado adecuado. En el caso de secado en un horno, o bajo la influencia de aire caliente o calor radiante, el molde puede hacerse pasar a través de la zona de secado, que aplica calor a una temperatura elevada, durante un periodo de tiempo que es suficiente para expulsar el exceso de humedad/líquido hasta un grado de sequedad suficiente. En el caso de secado del coagulante que queda sobre el molde, la zona de secado (tal como un horno) puede por ejemplo mantenerse a, o calentarse a una temperatura comprendida entre 50°C y 250°C. El molde se mantiene típicamente en esta zona (o avanza a lo largo de esta zona) durante un periodo de tiempo suficiente hasta alcanzar el nivel diana de secado, y opcionalmente una temperatura diana de la superficie del coagulante sobre el molde. Ésta puede ser entre 25°C y 85°C, por ejemplo entre 40°C y 70°C.

La temperatura de la superficie de un recubrimiento sobre el molde (en este caso, el coagulante) puede ensayarse por cualquier técnica adecuada. Un ejemplo implica el uso de un dispositivo para medir la temperatura de la superficie de un objeto por la energía infrarroja emitida por el objeto. Un ejemplo de un dispositivo de este tipo es el Thermo-Hunter, modelo: PT-2LD producido por Optex Co. Ltd. Otros métodos para medida de la temperatura superficial del film se conocen en la técnica.

Paso (i). Inmersión del molde en una composición para producir un film elastómero que tiene un contenido total de sólidos comprendido entre 5% y 40% a fin de producir una capa de composición de film elastómero sobre el molde

El molde se sumerge en la composición para producir un film elastómero, realizaciones del cual se han descrito en detalle anteriormente.

El molde se mantiene en el tanque de inmersión durante cierto periodo de tiempo a fin de asegurar que el molde se recubre uniformemente, pero no tanto tiempo que desarrolle un recubrimiento más grueso que lo necesario. Dependiendo del espesor requerido del recubrimiento, el tiempo de residencia del molde en el tanque de inmersión puede estar comprendido entre 1 y 30 segundos, tal como entre 2,0 y 7,0 segundos.

La temperatura de la composición en la que se sumerge el molde está comprendida generalmente dentro del intervalo de 10°C a 60°C, tal como 10°C a 50°C, 15°C a 50°C, 20°C a 50°C, 25°C a 50°C o 25°C a 45°C.

Preferiblemente, la temperatura de la superficie del molde no excede de la temperatura de la composición para producir un film elastómero en más de 80°C. La Solicitante ha encontrado que si la temperatura de la superficie del molde es más de 80°C mayor que la temperatura de la composición para producir un film elastómero, puede ocurrir contracción del recubrimiento de la composición de film elastómero sobre el molde. En algunas realizaciones, la temperatura de la superficie del molde es menor que la temperatura de la composición para producir un film elastómero. No obstante, típicamente, la temperatura de la superficie del molde es aproximadamente 20°C a 60°C mayor que la temperatura de la composición para producir un film elastómero.

Paso (ii). Secado parcial de la capa de composición de film elastómero sobre el molde

El recubrimiento o capa de la composición de film elastómero sobre el molde se seca luego parcialmente, en oposición al secado total, para reducir el contenido de agua pero sin que el contenido de agua descienda en tal proporción que caiga por debajo de 22%. La composición de film elastómero parcialmente seca tiene un contenido de agua que excede de 22% en peso, lo cual refleja que algo de humedad permanece en la capa de composición de

film elastómero sobre el molde. Típicamente, la composición de film elastómero sobre el molde se seca hasta un contenido de humedad comprendido entre 22% y 80%, por ejemplo, 25% a 75%, o 30% a 77% o 25% a 60%.

Si la composición de film elastómero sobre el molde se seca hasta un contenido de agua menor que aproximadamente 22%, la capa del film elastómero sobre el molde aparece visiblemente seca y cuando se sumerge en una composición para formar un film elastómero que tiene un contenido total de sólidos comprendido entre 5 y 40%, la composición no se adhiere fácilmente a la superficie de la capa secada de la composición de film elastómero sobre el molde. Llega a hacerse visible también una marca de flujo, y el producto final exhibe contracción y/o puntos débiles. Asimismo, el recubrimiento puede ser irregular.

El secado parcial puede realizarse utilizando el mismo tipo de técnica de secado que se ha descrito arriba en relación con el paso (b), utilizando condiciones necesarias para alcanzar un estado de secado parcial.

El secado parcial puede realizarse por cualquier método o equipo adecuado conocido en la técnica, con inclusión de la aplicación de aire caliente o calor radiante, o una fuente de radiación de secado tal como radiación infrarroja (IR) y radiación en el infrarrojo lejano. Esto puede realizarse en un horno o cualquier otro equipo o ambiente de secado adecuado.

En el caso de secado parcial en un horno, o bajo la influencia de aire caliente o calor radiante, el molde que lleva la capa o recubrimiento de la composición de film elastómero puede hacerse pasar a través de la zona de secado, que aplica calor a una temperatura elevada, durante un periodo de tiempo que es suficiente para expulsar algo del exceso de humedad/líquido hasta un grado suficiente de sequedad parcial. En este caso, la zona de secado (tal como un horno) puede mantenerse a, o aplicar calor a una temperatura comprendida entre 50°C y 300°C (dependiendo del tiempo de secado). Este periodo de tiempo puede ser entre 2 y 300 segundos (dependiendo de la temperatura del horno). Generalmente, cuanto mayor es la temperatura del horno, tanto más corto es el periodo de tiempo en la zona de secado, y viceversa.

Generalmente, durante el secado parcial, el molde permanece en la zona de secado (o avanza a lo largo de esta zona) durante un periodo de tiempo suficiente para elevar la temperatura de la superficie de la capa de la composición de film elastómero sobre el molde hasta una temperatura máxima comprendida entre 25°C y 85°C, v.g. 40°C a 80°C. Si se alcanza una temperatura más elevada de la superficie, puede ocurrir un secado excesivo o irregular. Adicionalmente, la composición de film elastómero sobre el molde puede requerir enfriamiento antes del paso de inmersión subsiguiente. Un paso de enfriamiento adicional puede dar como resultado retardos o costes adicionales en la fabricación del film o artículo elastómero.

La temperatura de la superficie de la composición de film elastómero sobre el molde puede medirse utilizando las mismas técnicas arriba descritas con respecto a la temperatura de la superficie de la capa coagulante.

El secado parcial se requiere para reducir el contenido de agua de la composición de film elastómero sobre el molde. El contenido de agua de la composición de film elastómero parcialmente seca es mayor que 22%. El contenido de agua de la composición de film elastómero sobre el molde puede determinarse midiendo la masa de un producto muestra en el momento de terminación del paso de secado parcial, y expulsando posteriormente la humedad/líquido remanente en el producto muestra para obtener la masa seca del producto, y determinando a partir de estos dos valores el contenido de agua total. Así, si el producto mono-estratificado en este momento pesa 100 mg, y el producto seco pesa 90 mg, el contenido de agua es 10%.

Paso (iii). Inmersión del molde recubierto con la capa parcialmente seca de la composición de film elastómero en una composición para producir un film elastómero que tiene un contenido total de sólidos comprendido entre 5% y 40% a fin de producir una capa adicional de composición de film elastómero sobre el molde

El molde recubierto con la capa parcialmente seca de la composición de film elastómero se sumerge en una composición para producir un film elastómero. La composición en la que se sumerge el molde puede ser la misma que o diferente de la composición utilizada para formar la primera capa. La composición puede diferir con respecto a la identidad y/o cantidad del polímero formador de elastómero, la identidad y/o cantidad de cualquier agente de reticulación, la identidad y/o cantidad de otros aditivos, y el contenido total de sólidos. En algunas realizaciones, la identidad del polímero formador de elastómero en la segunda composición es la misma que la utilizada en la primera composición. En tales realizaciones, la cantidad del agente de reticulación es también típicamente la misma. En otras realizaciones, la identidad del polímero formador de elastómero de la segunda composición es diferente de la de la primera composición. El contenido total de sólidos de la segunda composición puede ser el mismo o diferente del de la primera composición. El contenido total de sólidos dependerá en parte del espesor deseado de la segunda (o ulterior) capa que se aplique.

El tiempo de residencia del molde en la segunda composición es, por ejemplo, entre 1 y 30 segundos, tal como 1 y 20 segundos, 1 y 10 segundos, tal como 2 a 3 segundos.

La temperatura de la composición en la que se sumerge el molde está comprendida generalmente dentro del intervalo de 10°C a 60°C, tal como 10°C a 50°C, 15°C a 50°C, 20°C a 50°C, 25°C a 50°C o 25°C a 45°C.

Preferiblemente, la temperatura de la superficie de la capa parcialmente seca de la composición de film elastómero sobre el molde no excede de la temperatura de la composición para formar un film elastómero en más de aproximadamente 80°C. La Solicitante ha encontrado que si la temperatura de la superficie es más de aproximadamente 80°C mayor que la temperatura de la composición para la formación de un film elastómero, puede ocurrir contracción de la composición de film elastómero sobre el molde. En algunas realizaciones, la temperatura de la superficie es menor que la temperatura de la composición para formar un film elastómero. Sin embargo, típicamente, la temperatura de la superficie es aproximadamente 20°C a 60°C mayor que la temperatura de la composición para formar un film elastómero.

Paso (iv). Repetición opcional del paso de secado parcial (ii) y el paso de inmersión ulterior (iii)

El paso de secado parcial y los pasos de inmersión ulteriores pueden repetirse. Estos pasos se repiten convenientemente al menos una vez, y pueden repetirse múltiples veces. Para cada paso repetido, las condiciones pueden ser diferentes comparadas con las condiciones del secado parcial original y las condiciones de inmersión para producir la segunda capa. Así, como ejemplo, la extensión del secado parcial, y el contenido total de sólidos de la composición para formar un film elastómero pueden diferir para cada capa.

Para cada paso de secado parcial, la capa de composición de film elastómero sobre el molde se seca parcialmente a fin de reducir el contenido de agua de la composición de film elastómero de tal modo que el contenido de agua de la capa parcialmente secada de film elastómero sobre el molde tiene un contenido de agua mayor que 22°C. Este contenido de agua se mide por referencia al contenido de agua de la capa de film elastómero completa sobre el molde (es decir, la capa de film elastómera formada por inmersión múltiple).

El espesor medio de cada capa está comprendido típicamente entre 6% y 90% del film elastómero final, teniendo algunas capas (tales como la primera capa) convenientemente un espesor entre 30 y 70%, o entre 40 y 65% del espesor total del film. El espesor medio de cada capa depende del número de capas de composición que formen el film elastómero final. El film elastómero final puede estar constituido, por ejemplo, por 2 a 15 capas, tal como 2 a 10 capas, 2 a 6 capas, o 3 a 6 capas.

Generalmente, aunque no siempre, cuanto mayor es el número de capas en el film, tanto menor es el % de TSC de la composición para producir cada capa subsiguiente. Esto tiene por objeto mantener el espesor del film multicapa en un mínimo. Después de la primera capa, el % de TSC de la composición utilizada para producir cada capa subsiguiente puede estar comprendido en el intervalo 5%-40% TSC, tal como 5-30% ó 5-12% ó 10-30% ó 10-40% ó 10-20%.

Cada capa puede ser de un espesor aproximadamente igual, o de espesores diferentes. Por ejemplo, la primera capa puede ser 50%, la segunda capa 30%, la tercera capa 20% para un film de 3 capas. Pueden conseguirse espesores aproximadamente iguales haciendo variar el contenido total de sólidos de la composición de cada capa y la temperatura a la que se deposita la capa. Pueden darse mecanismos de deposición diferentes para cada capa y pueden depositarse espesores diferentes incluso si el % de TSC se mantiene al mismo nivel. De acuerdo con ello, a veces se requiere variar el % de TSC a fin de mantener el mismo nivel de espesor. El espesor de las capas depositadas puede variar también de acuerdo con la concentración de iones multivalentes en la solución coagulante, o la cantidad de cualquier sensibilizador presente en la composición para producir la temperatura del film elastómero de la composición, y el tiempo de residencia del molde en la composición.

Pasos adicionales opcionales antes del secado y curado

Pueden realizarse pasos adicionales para ajustar finamente la fabricación del film o artículo elastómero. El film o artículo puede lixiviarse para eliminar componentes extraíbles. Condiciones adecuadas para la lixiviación de los componentes extraíbles del film o artículo pueden implicar poner en contacto el film o artículo con agua caliente (v.g. por inmersión) a una temperatura comprendida entre 40 y 60°C durante entre 1 y 50 minutos. Durante este proceso de lixiviación, puede eliminarse una cantidad sustancial de componentes solubles y extraíbles (tales como agente tensioactivo, compuestos iónicos).

En el caso de la fabricación de guantes, el guante puede someterse a rebordeado/formación de vuelta para crear un reborde o vuelta en el extremo de la muñeca del guante.

Paso (v). Secado y curado del film elastómero estratificado sobre el molde

- 5 El film o artículo se seca luego y se cura. Este paso puede efectuarse en un horno con una temperatura mínima de 80°C, en el intervalo de 80-150°C, o una temperatura mínima de 90°C (tal como 90-150°C) durante un tiempo mínimo de 10 minutos, en el intervalo de 10-40 minutos. Otras técnicas de secado y curado que pueden utilizarse incluyen curado ultravioleta.

Pasos adicionales opcionales después del secado y curado

- 10 El film o artículo puede someterse a uno o más pasos de proceso ulteriores antes de retirar el film o artículo del molde. Estos pasos opcionales incluyen enfriamiento, cloración, enjuagado post-curado, recubrimiento de polímero y pasos de secado adicionales.
- 15 El film o artículo se retira del molde a la conclusión del proceso de formación.

Características del film elastómero

- 20 El espesor del film (o artículo) final puede, por ejemplo, estar comprendido en el intervalo de 0,01-3,0 mm, tal como 0,01-0,3 mm, 0,02-0,2 mm, 0,05- 0,10 mm, 0,03-0,08 mm, o 0,05-0,08 mm (para guantes delgados o desechables), y 0,2-3,0 mm para guantes gruesos. El espesor se mide convenientemente como un "espesor medio", particularmente para guantes, utilizando los puntos de medida descritos más adelante.

- 25 Las propiedades del film pueden medirse de acuerdo con ASTM D-412. En una realización en la que el espesor (espesor medio) del film se mide como 0,03-0,10 mm, las características físicas del film son convenientemente: resistencia mínima a la tracción de 10,0 Mpa, módulo de 300% relativamente bajo inferior a 10,0 Mpa y elongación mínima de 500%. En otra realización en la que el espesor (espesor medio) del film se mide como 0,03-0,10 mm, las características físicas del film son convenientemente resistencia mínima a la tracción de 14,0 Mpa, módulo de 300% relativamente bajo inferior a 5,0 Mpa y elongación mínima de 500%.

- 30 La durabilidad deseada del film está determinada por el uso final del artículo. Por ejemplo, para guantes de uso no quirúrgico, el tiempo de uso es usualmente inferior a 3 horas, y comúnmente menor que 2 horas. La durabilidad del film puede controlarse por las condiciones de curado. Generalmente, cuanto mayor es la temperatura de curado, tanto más durable es el film elastómero.

- 35 El término "espesor medio" con respecto al espesor de un guante (específicamente el film elastómero multicapa que forma el guante) se refiere al valor medio de tres medidas de espesor, tomadas en puntos situados a lo largo de la capa del film elastómero. Las medidas se toman en el puño, la palma y la yema de los dedos. Cuando se mide el espesor de capas individuales del guante, el "espesor medio" hace referencia al espesor medio de dicha capa de film, tomada en los tres puntos de medida. Esto puede medirse en términos absolutos (en mm), o como porcentaje del espesor total del guante multiestratificado. Para artículos elastómeros, puede utilizarse una técnica similar que utiliza tres medidas de espesor para determinar el "espesor medio".

- 45 El método arriba descrito puede utilizarse para producir un film o artículo elastómero multiestratificado con potencial reducido de defectos tales como picaduras, puntos débiles y/o desestratificación comparado con los procesos de la técnica anterior para producir films elastómeros multiestratificados en los cuales cada capa se seca totalmente antes de aplicar una capa subsiguiente. Adicionalmente, el método puede utilizarse para producir films elastómeros multiestratificados más resistentes que algunos procesos de la técnica anterior. Para guantes delgados, del tipo utilizado para aplicaciones desechables, el método puede llevarse a cabo utilizando una composición formadora de film que tiene una concentración muy baja de sólidos, y otros factores, que contribuyen a mantener delgada cada capa de recubrimiento. De acuerdo con ello, el espesor global se mantiene en un mínimo. Al mismo tiempo, el paso de secado parcial realizado entre la aplicación de cada capa de composición formadora de film contribuye a asegurar una estratificación satisfactoria, o adhesión y cobertura, entre capas adyacentes.

- 55 Sin este paso, se tropieza con dificultades cuando se intenta obtener un film multi-capa que tenga las propiedades deseadas.

- 60 En las reivindicaciones y en la descripción que antecede, excepto donde el contexto requiere otra cosa debido a lenguaje expreso o implicación necesaria, se utiliza el término "comprender" o variaciones tales como "comprende" o "que comprende" en sentido inclusivo, es decir para especificar la presencia de las características expuestas pero sin excluir la presencia o adición de otras características en diversas realizaciones de la invención.

EJEMPLOS

La invención se describirá a continuación con mayor detalle haciendo referencia a los ejemplos no limitantes que siguen. Todas las tablas de composiciones y resultados de tests se muestran en la sección de tablas. Todos los procedimientos de test se muestran en la sección de Procedimientos de Test.

PROCEDIMIENTOS GENERALES

En los ejemplos expuestos a continuación, se utilizó el Procedimiento General siguiente para producir films elastómeros, y guantes en particular. Se utilizó también el Procedimiento General para demostrar el impacto (en su caso) que tienen ciertas condiciones del proceso y ciertos componentes de las composiciones formadoras de film elastómero en la calidad de los films elastómeros multicapa producidos.

Procedimiento General 1.

1.1 Lavado

El molde se somete a pre-lavado, a fin de quedar limpio de cualesquiera residuos remanentes después de la retirada de un guante fabricado previamente sobre el molde. El molde se seca luego en un horno a 70°C, alcanzando una temperatura superficial de aproximadamente 60°C (50°C-63°C).

1.2 Inmersión en Coagulante

El molde se sumerge en el coagulante de acuerdo con los parámetros siguientes:

	Parámetro de Operación			
Tanque	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	Ca(NO ₃) ₂ (% en agua)	pH
Tanque de Inmersión en Coagulante	Véanse los detalles del ejemplo - generalmente 53 - 62°C	2	Véanse los detalles del ejemplo	Véanse los detalles del ejemplo

1.3 Secado en Horno

El molde se seca de acuerdo con los parámetros siguientes:

	Parámetro de Operación	
Horno	Temperatura (°C)	Tiempo (segundos)
Horno "Blower" de Coagulante	135	38

1.4 Condición Previa 1

El secado en horno como se describe en el paso 1.3 se utiliza para obtener ciertas "condiciones previas" para el recubrimiento sobre el molde, antes de proceder al paso siguiente. La Condición Previa 1 se refiere a las condiciones de temperatura de la superficie y "sequedad" del molde recubierto con coagulante alcanzada después de secado en horno, antes de continuar al paso siguiente. En algunos ejemplos, la Condición Previa 1 se manipula para demostrar el impacto que la Condición Previa 1 tiene sobre el producto final. Donde no se especifica la Condición Previa, la misma es como se expone a continuación:

	Parámetro de Operación	
Condición previa 1 del molde recubierto con	Temperatura de la superficie del molde (°C)	Condición del Molde (Sequedad: Húmedo / Parcialmente Seco / Desechado)
Ca ²⁺ antes de la inmersión	Véanse los detalles del ejemplo - 59°C si no se especifica	Véanse los detalles del ejemplo - Parcialmente Seco / Desechado si no se especifica

1.5 Primera etapa de inmersión

El molde después del paso 1.4 se sumerge en un tanque de composición para formar un film elastómero, que contiene los componentes especificados para el ejemplo dado. Las condiciones en el paso de la primera etapa de inmersión son como sigue:

	Parámetro de Operación			
Tanque	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	TSC (%)	pH
Tanque de la primera etapa de inmersión	Véanse los detalles del ejemplo. 40 - 42 si no se especifica	Véanse los detalles del ejemplo - 4 segundos si no se especifica	Véanse los detalles del ejemplo	Véanse los detalles del ejemplo

5

1.6 Secado Parcial

A no ser que se especifique otra cosa para ensayar el impacto del grado de secado sobre el producto final, el molde sumergido se hace pasar a través de un horno mantenido a la temperatura y durante el tiempo indicado a continuación. En algunos ejemplos, el grado de secado después de la primera etapa de inmersión se modifica con respecto a este parámetro para demostrar el impacto que tiene un grado de secado diferente sobre el producto final.

10

	Parámetro de Operación	
Horno	Temperatura (°C)	Tiempo (segundos)
Horno de gelificación 1	120 a no ser que se especifique otra cosa.	12 a no ser que se especifique otra cosa.

1.7 Condición Previa 2

15

El secado parcial como se describe en el paso 1.6 se utiliza para obtener ciertas "condiciones previas" para la capa aplicada sobre el molde, antes de proceder al paso siguiente. La Condición Previa 2 se refiere a las condiciones de temperatura de la superficie y "sequedad" del molde recubierto con la primera capa de composición para formar un film elastómero alcanzadas después del secado "parcial", antes de continuar el paso siguiente. En algunos ejemplos, la Condición Previa 2 se manipula para demostrar el impacto que tiene la Condición Previa 2 sobre el producto final. Donde no se especifican condiciones específicas para la Condición Previa 2, las condiciones son como se indica a continuación:

20

<u>Condición previa 2</u>	<u>Parámetro de Operación</u>		
	Temperatura de la superficie del molde (°C)	Condición del Molde (Sequedad: Húmedo / Parcialmente Seco / Desechado)	Contenido de agua (%)
	Alrededor de 40 - 44°C, a no ser que se especifique otra cosa	Parcialmente Seco a no ser que se especifique otra cosa	Como se especifica - generalmente 85% - 22% salvo que se ensayen condiciones diferentes. En la mayoría de los casos alrededor de 50% - 70%.

25

1.8 Segunda etapa de inmersión

El molde después del paso 1.7 se sumerge en un tanque de composición para formar un film elastómero, que contiene los componentes especificados para el ejemplo dado. Las condiciones el paso de la segunda etapa de inmersión son como sigue:

30

Tanque	Parámetro de Operación			
	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	TSC (%)	pH

Tanque	Parámetro de Operación			
	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	TSC (%)	pH
Tanque de la segunda etapa de inmersión	Véanse los detalles del ejemplo. 40 - 42 si no se especifica	Véanse los detalles del ejemplo - 4 s. si no se especifica	Véanse los detalles del ejemplo	Véanse los detalles del ejemplo

1.9 Secado Parcial

- 5 A no ser que se especifique otra cosa para ensayar el impacto del grado de secado sobre el producto final, el molde sumergido se hace pasar a través de un horno mantenido a la temperatura indicada y durante el tiempo indicado a continuación. En algunos ejemplos, el grado de secado después de la segunda etapa de inmersión se modifica con respecto a este parámetro para demostrar el impacto que tiene un grado de secado diferente sobre el producto final.

Horno	Parámetro de Operación	
	Temperatura (°C)	Tiempo (segundos)
Horno de Gelificación 2	90 - 110 a no ser que se especifique otra cosa	12 a no ser que se especifique otra cosa

10 1.10 Condición Previa 3

- 15 El secado parcial como se describe en el paso 1.9 se utiliza para obtener ciertas "condiciones previas" para la capa aplicada sobre el molde, antes de proceder al paso siguiente. La Condición Previa 3 se refiere a las condiciones de temperatura de la superficie y "sequedad" de la combinación de capas aplicadas sobre el molde alcanzadas después del secado (parcial), antes de continuar al paso siguiente. En algunos ejemplos, la Condición Previa 3 se manipula para demostrar el impacto que la Condición Previa 3 tiene sobre el producto final. Donde no se especifican condiciones específicas para la Condición Previa 3, las condiciones son como se indica a continuación:

<u>Condición previa 3</u>	<u>Parámetro de Operación</u>		
del molde recubierto con las composiciones de inmersión 1ª y 2ª	Temperatura de la Superficie del Molde (°C)	Condición del Molde (Sequedad: Húmedo / Parcialmente Seco / Desechado)	Contenido de agua (%)
	Aproximadamente 41, a no ser que se especifique otra cosa	Parcialmente Seco, a no ser que se especifique otra cosa	Como se especifica - generalmente 85% - 22% salvo que se ensayen condiciones diferentes. En la mayoría de los casos alrededor de 50% - 70%.

20 1.11 Tercera etapa de inmersión

- 25 El molde después del paso 1.10 se sumerge en un tanque de composición para formar un film elastómero, que contiene los componentes especificados para el ejemplo dado. Las condiciones en el paso de la tercera etapa de inmersión son como sigue:

Tanque	Parámetro de Operación			
	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	TSC (%)	pH
Tanque de Inmersión de Látex 3	Véanse los detalles del ejemplo. Aproximadamente 30 (29-34) si no se especifica	Véanse los detalles del ejemplo. Aproximadamente 4 si no se especifica	Véanse los detalles del ejemplo	Véanse los detalles del ejemplo

1.12 Rebordeado

El producto después de la tercera etapa de inmersión se somete a rebordeado.

1.13 Secado

- 5 El producto después de la tercera etapa de inmersión y el rebordeado, se seca en horno a una temperatura entre 80°C y 120°C durante aproximadamente 60 segundos.

1.14 Lixiviación pre-curado

- 10 La pre-lixiviación se realiza por enjuagado en agua caliente durante un breve periodo de tiempo.

Los pasos de rebordeado, secado y lixiviación pre-curado podrían realizarse en cualquier orden. Los procesos de rebordeado y lixiviación pre-curado podría intercambiarse dependiendo de la calidad de rebordeado de la vuelta

15 1.15 Curado

El curado en horno se realiza en hornos que tienen cuatro zonas ajustadas a temperaturas sucesivas de 118, 105, 135 y 108°C, siendo necesarios aproximadamente 4-6 minutos para avanzar a lo largo de cada zona.

20 1.16 Pasos post-curado

El producto se enfría en agua, se somete a cloración en una solución con 745 ppm de cloro a pH 2,0 mantenida a 52°C durante 50 segundos, se neutraliza y se enjuaga en agua, se seca y se retira del molde.

25 EJEMPLO 1

Se fabricaron guantes utilizando el Procedimiento 2, que está dentro del marco del Procedimiento General 1, a partir de la Composición de Guantes 1 reseñada en la Tabla 1. Debe indicarse que algunos parámetros variaban ligeramente entre las muestras individuales, y donde ocurría esto, ello se indica por un intervalo que abarca las variaciones.

Los guantes producidos eran de buena calidad, con adhesión satisfactoria entre las capas de film elastómero, buena retención de la composición de látex, ausencia de marcas de flujo del látex, ausencia de formación de grumos de caucho, ausencia de puntos delgados o débiles, ausencia de picaduras y ausencia de contracción. Se encontró que los guantes tenían un tiempo medio de durabilidad de 4 horas (4,012 horas) cuando se sometieron al test de durabilidad sobre 50 muestras.

Procedimiento 2:

- 40 1.1 Lavado como se describe en el Procedimiento General 1.

1.2 Inmersión en coagulante de acuerdo con los parámetros siguientes:

Tanque	Parámetro de Operación			
	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	Ca(NO ₃) ₂ (% en agua)	pH
Tanque de Inmersión en Coagulante	53-57	2	10,1 - 10,8	7,2-7,5

- 45 1.3 Secado en horno de acuerdo con los parámetros siguientes:

Horno	Parámetro de Operación	
	Temperatura (°C)	Tiempo (segundos)
Horno "Blower" de Coagulante	135	38

1.4 Parámetros de la Condición Previa 1:

	Parámetro de Operación	
Condición previa 1	Temperatura de la superficie del molde (°C)	Condición del Molde (Sequedad: Húmedo / Parcialmente Seco / Desechado)
	59	Parcialmente Seco / Desechado

5 1.5 Parámetros de la primera etapa de inmersión:

	Parámetro de Operación			
Tanque	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	TSC (%)	pH
Tanque de Inmersión 1	Diana 40 (entre 40 - 42)	4	Diana 17,0 (16,8 - 17,4)	Diana 9,2 (9,0 - 9,3)

1.6 Parámetros de secado parcial como se describe en el Procedimiento General 1 (120°C durante 12 segundos).

10 1.7 Parámetros de la Condición Previa 2:

<u>Condición previa 2</u>	<u>Parámetro de Operación</u>		
	Temperatura de la superficie del molde (°C)	Condición del Molde (Sequedad: Húmedo / Parcialmente Seco / Desechado)	Contenido de agua (%)
	44	Parcialmente Seco	67,28

1.8 Parámetros de la segunda etapa de inmersión:

	Parámetro de Operación			
Tanque	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	TSC (%)	pH
Tanque de Inmersión 2	Diana 37 (37 - 40)	4	15,9 (15,8 - 16,5)	Diana 9,0 (9,2 - 9,3)

15 1.9 Parámetros de secado parcial como se describe en el Procedimiento General 1 (90-110°C durante 12 segundos).

1.10 Parámetros de la Condición Previa 3:

<u>Condición previa 3</u>	<u>Parámetro de Operación</u>		
	Temperatura de la Superficie del Molde (°C)	Condición del Molde (Sequedad: Húmedo / Parcialmente Seco / Desechado)	Contenido de agua (%)
	41	Parcialmente Desechado	57,50

20 1.11 Parámetros de la tercera etapa de inmersión:

	Parámetro de Operación			
Tanque	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segun dos)	TSC (%)	pH
Tanque de Inmersión 3	Diana 30(29 - 34)	4	18,2 (+/-0,2)	9,2 (+/-0,1)

Los pasos 1.12-1.16 se realizaron como se reseña en el Procedimiento General 1.

EJEMPLO 2

Este ejemplo demuestra que pueden fabricarse guantes multicapa cuando se utilizan condiciones de proceso diferentes y una composición diferente de la utilizada en el Ejemplo 1 anterior. Se fabricaron guantes utilizando el Procedimiento 3, que está dentro del marco del Procedimiento General 1, a partir de la Composición de Guantes 2 reseñada en la Tabla 2. Debe indicarse que algunos parámetros variaban ligeramente entre las muestras individuales, y en los casos en que ocurría esto se indica por el intervalo que abarca las variaciones.

Los guantes producidos eran de buena calidad, con adhesión satisfactoria entre las capas de film elastómero, buena retención de la composición de látex, ausencia de marcas de flujo de látex, ausencia de formación de grumos de látex, ausencia de puntos delgados o débiles, ausencia de picaduras y ausencia de contracción. Se encontró que los guantes tenían un tiempo medio de durabilidad de 3 horas y 53 minutos (3,875 horas) cuando se sometieron al test de durabilidad sobre 50 muestras.

Procedimiento 3:

1.1 Lavado como se describe en el Procedimiento General 1.

1.2 Inmersión en coagulante de acuerdo con los parámetros siguientes. Debe indicarse que la concentración de calcio es menor y el pH mayor que para el Procedimiento 2 a fin de formar un film más delgado.

Tanque	Parámetro de Operación			
	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	Ca(NO ₃) ₂ (% en agua)	pH
Tanque de Inmersión en Coagulante	56	2	6,9	8,7

1.3 Secado en horno de acuerdo con los parámetros siguientes:

Horno	Parámetro de Operación	
	Temperatura (°C)	Tiempo (segundos)
Horno "Blower" de Coagulante	135	38

1.4 Parámetros de la Condición Previa 1:

Condición previa 1	Parámetro de Operación	
	Temperatura de la superficie del molde (°C)	Condición del Molde (Sequedad: Húmedo / Parcialmente Seco / Desecado)
	59	Parcialmente Seco / Desecado

1.5 Parámetros de la primera etapa de inmersión:

Tanque	Parámetro de Operación			
	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	TSC (%)	pH
Tanque de Inmersión 1	40	4	14,3	9,6

1.6 Parámetros de secado parcial como se describe en el Procedimiento General 1 (120°C durante 12 segundos).

1.7 Parámetros de la Condición Previa 2:

<u>Condición previa 2</u>	<u>Parámetro de Operación</u>		
	Temperatura de la superficie del molde (°C)	Condición del Molde (Sequedad: Húmedo / Parcialmente Seco / Desechado)	Contenido de agua (%)
	40	Parcialmente Seco	73,98

1.8 Parámetros de la segunda etapa de inmersión. Debe indicarse que el contenido total de sólidos es menor que el utilizado en el Procedimiento 2.

	Parámetro de Operación			
Tanque	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	TSC (%)	pH
Tanque de Inmersión 2	37	4	14,1	9,8

1.9 Parámetros de secado parcial como se describe en el Procedimiento General 1 (90-110°C durante 12 segundos).

1.10 Parámetros de la Condición Previa 3:

<u>Condición previa 3</u>	<u>Parámetro de Operación</u>		
	Temperatura de la Superficie del Molde (°C)	Condición del Molde (Sequedad: Húmedo / Parcialmente Seco / Desechado)	Contenido de agua (%)
	41	Parcialmente Seco	65,64

1.11 Parámetros de la tercera etapa de inmersión. Debe indicarse que el TSC es menor que el utilizado en el Ejemplo 1.

Tanque	Parámetro de Operación			
	Temperatura (°C)	Tiempo de Residencia (segundos)	TSC (%)	pH
Tanque de Inmersión 3	30	4	17,8	9,6

Los pasos 1.12-1.16 se realizaron como se reseña en el Procedimiento General 1

EJEMPLO 3

El Ejemplo 3 demuestra que pueden fabricarse guantes multicapa cuando se utiliza una gama de condiciones de proceso diferentes dentro de la invención y una gama de composiciones de guante diferentes. Las composiciones de guante ensayadas en el Ejemplo 3 son las de la Composición de Guante 3 reseñada en la combinación de las Tablas 3 y 4. Las composiciones ensayadas en este ejemplo contienen cantidades variables de agente de reticulación de óxido metálico (el óxido metálico de test era MgO), u óxido no metálico (el agente de test era TETD), combinado con concentraciones variables de la solución de coagulante y contenidos variables de sólidos totales de la composición de látex. Las diversas combinaciones de variantes produjeron 48 muestras de guante diferentes. Las composiciones en este ejemplo estaban exentas de acelerador.

El proceso utilizado para producir los guantes era el Procedimiento General 1, en el cual los parámetros se controlaron como se reseña en la Tabla 6. Las combinaciones de agente de reticulación, concentración de solución de coagulante, el contenido total de sólidos de la composición para formación de un film elastómero y el tiempo de residencia utilizado se muestran en la Tabla 6. El espesor de las diversas capas formadas se midió para algunos de los guantes elastómeros multi-estratificados producidos. La extensión de los defectos de barrera, durabilidad, pegajosidad y uniformidad del recubrimiento para los guantes elastómeros multi-estratificados producidos se evaluaron como se describe en la sección de Técnicas de Test al final de los Ejemplos. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

Se fabricaron también guantes a partir de la Composición de Guantes 4 reseñada en la Tabla 5 que contiene 1,50 phr de ZnO y 0,20 phr de azufre como agente de reticulación, 0,2 phr de antioxidante, y sin acelerador alguno. El procedimiento fue como se describe para la producción de guantes en el Ejemplo 3. Los guantes producidos a partir de las composiciones exentas de acelerador eran de buena calidad.

EJEMPLO 4

El Ejemplo 4 se realizó para confirmar y demostrar el descubrimiento de que puede conseguirse una calidad de guantes mejorada secando sólo parcialmente cada capa de composición antes de aplicar la capa de composición siguiente para formación del film elastómero. Los resultados de test determinaban y demuestran también una gama de condiciones favorables de contenidos de agua y temperaturas de la superficie para recubrimiento fácil.

Este ejemplo se realizó en dos partes. En ambas partes del Ejemplo 4, se utilizó la Composición de Guantes 1 como la composición de test.

Se realizaron otros tests (resultados no consignados), sobre composiciones correspondientes que contenían entre 0,2 y 4,0 phr de MgO, BaO, Al₂O₃, peróxido y DPG como los agentes de reticulación. Los resultados confirmaron que el principio del secado parcial es igualmente aplicable a composiciones que contienen estos agentes de reticulación.

En la primera parte, la temperatura del horno de secado se mantuvo en un valor constante de 120°C, y el tiempo que permaneció en el horno el molde recubierto con la primera capa de composición antes de la inmersión en una segunda capa de composición se ajustó desde 0 segundos hasta 1000 segundos. Para las muestras secadas durante un tiempo de 240 segundos o menos, el guante se sometió a una segunda etapa de secado parcial seguida por una tercera inmersión a fin de producir una tercera capa de composición. La tercera etapa de inmersión no se realizó para las muestras secadas durante más de 240 segundos, dado que los productos de dos capas mostraban ya signos de calidad deficiente. Este test revelaba el impacto que producen los tiempos de secado mayores sobre la temperatura de la superficie del recubrimiento sobre el molde, sobre el contenido de agua de la capa, y finalmente sobre la calidad como producto del guante producido.

La primera parte del Ejemplo 4 se realizó de acuerdo con el Procedimiento General 1, con los parámetros siguientes:

Paso 1.2 Inmersión en coagulante a 60°C (58 a 61°C), pH 7,6, 8,7% Ca(NO₃)₂.

Paso 1.3 Ajuste del horno a 120°C.

Paso 1.4 Temperatura de la superficie de aproximadamente 59°C (entre 57 y 70°C).

Paso 1.5 Inmersión en la Composición de Guante 1 a 16,7% de concentración de sólidos totales, pH 9,7, 29°C durante 5 segundos.

Paso 1.6 Secado parcial a 120°C durante el periodo de tiempo indicado en la primera columna de la Tabla 7.

Paso 1.7 Condición previa 2 como se indica en la Tabla 7.

Paso 1.8 Inmersión en la Composición de Guantes 1 a 16,7% de concentración de sólidos totales, pH 9,7, 29°C durante 5 segundos.

Los pasos 1.9-1.11 se realizaron para muestras secadas en horno de secado 1 durante hasta 240 segundos, pero no se realizaron para las muestras secadas previamente durante más de 240 segundos (dos capas sólo); los contenidos de agua correspondientes se calcularon al final del procedimiento.

Paso 1.9 Secado parcial 2 realizado a 120°C durante el periodo de tiempo indicado en la Tabla 7 (0 a 240 segundos).

Paso 1.10 Condición previa 3 como se indica en la Tabla 7.

Paso 1.11 Inmersión en la Composición de Guantes 1 a 16,7% de concentración de sólidos totales, pH 9,7, 29°C durante 5 segundos.

Pasos 1.12-1.16, como se describe en el Procedimiento General 1.

Los resultados del Ejemplo 4 parte 1 se muestran en la Tabla 7.

En la segunda parte, la temperatura del horno de secado después de la primera etapa de inmersión se mantuvo en un valor constante de 120°C, pero esta vez el molde recubierto con la primera capa se mantuvo en el horno durante un tiempo comprendido entre 240 segundos y 1000 segundos como se indica en la Tabla 8, seguido por enfriamiento para reducir la temperatura de la superficie a 40°C. El calentamiento y el enfriamiento fueron seguidos por la segunda etapa de inmersión. Este test exploraba si el factor importante para controlar el proceso era la temperatura de la superficie de la capa de film antes de la inmersión de una capa subsiguiente, o el contenido de agua.

La segunda parte del Ejemplo 4 se realizó de acuerdo con el Procedimiento General 1, con los parámetros siguientes:

Paso 1.2 Inmersión en coagulante a 60°C (58 a 62°C), pH 7,6, 8,6% Ca(NO₃)₂.

Paso 1.3 Ajuste del horno a 120°C.

Paso 1.4 Temperatura de la superficie de aproximadamente 59°C (entre 56 y 70°C).

5 Paso 1.5 Inmersión en la Composición de Guante 1 a 17% de concentración de sólidos totales, pH 9,7, 25°C durante 5 segundos.

Paso 1.6 Secado parcial a 120°C durante un periodo de tiempo comprendido entre 240 segundos y 1000 segundos, como se indica en la Tabla 8.

10 Paso 1.7 Permisi3n de enfriamiento de la superficie a aproximadamente 40°C, antes de continuar al paso 1.8; c3lculo del contenido de agua correspondiente al final del procedimiento.

Paso 1.8 Inmersi3n en la Composici3n de Guantes 1 a 17% de concentraci3n de s3lidos totales, pH 9,7, 25°C durante 5 segundos.

Los pasos 1.9-1.11 no se realizaron (s3lo 2 capas)

Pasos 1.12-1.16 como se describe en el Procedimiento General 1.

15 Los resultados del Ejemplo 4 parte 2 se muestran en la Tabla 8.

La combinaci3n de los resultados de test para las partes 1 y 2 del Ejemplo 4 muestra que el factor importante de control es el contenido de agua, y que el secado parcial no deber3a progresar hasta un grado tal que el contenido de agua de las capas de composici3n caiga por debajo de 22%. Por debajo de este nivel de contenido de agua, la calidad de los guantes disminuye, con retenci3n deficiente de la composici3n (adhesi3n deficiente entre las capas) y un aumento de contracci3n.

EJEMPLO 5

25 El Ejemplo 5 se realiz3 para confirmar y demostrar el descubrimiento de que puede conseguirse una calidad mejorada de los guantes secando s3lo parcialmente cada capa de composici3n antes de aplicar la capa de composici3n siguiente para formar el film elast3mero.

30 En el Ejemplo 5, se ensay3 el impacto de diferentes niveles de secado antes de la aplicaci3n de cada capa sobre el molde. En la parte A, se ensay3 el impacto de los diferentes niveles de secado del coagulante antes de la inmersi3n de la primera capa, en la parte B se ensay3 el impacto de diferentes niveles de secado de la primera capa antes de sumergir la segunda capa, y en la parte C se ensay3 el impacto de los diferentes niveles de secado de la segunda capa antes de sumergir la tercera capa. En todos los restantes aspectos, las condiciones de proceso se mantuvieron uniformes.

Los tests se realizaron utilizando la Composici3n de Guantes 1, y el Procedimiento General 1, con los par3metros de proceso controlados como se reseña en las Tablas 9A, 9B y 9C, y como sigue:

40 Paso 1.2 Inmersi3n en coagulante a 60°C (58 a 61°C), 9,3% Ca(NO₃)₂, pH 7,8.

Paso 1.3 Para la parte 9A, la temperatura del horno se ajust3 a un nivel adecuado, y se control3 el tiempo en el horno, para obtener una temperatura de la superficie en el intervalo diana para el test, indic3ndose el intervalo diana en la columna del lado izquierdo de la Tabla 9A. En algunos no se requiri3 secado alguno en el horno - en lugar de ello, se dej3 que las capas se enfriaran en las condiciones del ambiente. Para las partes 9B y 9C, el horno se ajust3 a 120°C.

45 Paso 1.4 Para la parte 9A, la temperatura de la superficie era como se identifica en la Tabla 9A. Para las partes 9B y 9C, la temperatura de la superficie era aproximadamente 59°C (entre 59°C y 81°C).

Paso 1.5 Inmersi3n en la Composici3n de Guantes 1 a 16,7% de concentraci3n de s3lidos totales, pH 9,7, 29°C durante 5 segundos

50 Paso 1.6 Para la parte 9A, el horno se ajust3 a 120°C y se hicieron observaciones sobre la calidad del recubrimiento, que se registraron bajo "Observaciones despu3s de la primera capa de inmersi3n". El test termin3 para la parte 9A en este punto. Para la parte 9B, la temperatura del horno se ajust3 al nivel necesario para alcanzar una temperatura de la superficie para que la primera capa sobre el molde estuviera dentro del intervalo diana para el test. El intervalo diana se indica en la columna del lado izquierdo de la Tabla 9B. Para la parte 9C, el horno se ajust3 a 120°C para secado parcial.

55 Paso 1.7 La temperatura de la superficie para la Condici3n Previa 2 para la parte 9B se indica en la Tabla 9B. La temperatura de la superficie para la parte 9C estaba comprendida entre 45°C y 52°C.

Paso 1.8 Inmersi3n en la Composici3n de Guantes 1 a 17,5% de concentraci3n de s3lidos totales, pH 9,7, 29°C durante 5 segundos para las partes 9B y 9C.

60 Pasos 1.9 La temperatura del horno para la parte 9B se ajust3 a 120°C y se efectuaron observaciones acerca de la calidad del recubrimiento, que se registraron bajo "Observaciones despu3s de la segunda capa de inmersi3n" en la Tabla 9B. El test termin3 en este punto para la parte 9B. El grado de secado para la parte 9C

se encontró para intentar alcanzar el intervalo de temperatura de la superficie deseado indicado en la columna de la izquierda de la Tabla 9C. La temperatura del horno se ajustó a un nivel adecuado, y se controló el tiempo en el horno, a fin de obtener una temperatura de la superficie dentro de este intervalo. En algunos casos no se requirió secado alguno en el horno - en lugar de ello se dejó que las capas se enfriaran en las condiciones del ambiente.

Paso 1.10 La temperatura de la superficie para la Condición Previa 3 para la parte 9C se indica en la Tabla 9C.

Paso 1.11 Inmersión en la Composición de Guantes 1 a 17,5% de concentración de sólidos totales, pH 9,7, 29°C durante 5 segundos para la parte 9C.

Paso 1.12 El producto del paso 1.11 se secó en un horno a 120°C, realizándose y registrándose observaciones bajo "Observaciones acerca de la tercera capa de inmersión" en la Tabla 9C.

En este ejemplo, las condiciones de secado se modificaron para determinar y demostrar las propiedades de los films/guantes fabricados con un grado de secado diferente de las capas de film elastómero sobre el molde antes de la aplicación de una capa ulterior de film elastómero.

Se realizaron cambios en la temperatura de la superficie del molde antes de la primera inmersión en la composición para formar un film elastómero (Condición Previa 1) y en el contenido de agua y la temperatura de la superficie de las capas de film elastómero sobre el molde antes de la segunda y tercera inmersión en la composición para formar un film elastómero (condiciones previas 2 y 3).

Se evaluaron el contenido total de agua, la retención de látex, las marcas de flujo, la presencia de grumos, los puntos débiles, las picaduras y la contracción de las capas después de inmersión.

Los resultados de la evaluación se exponen en las Tablas 9A a 9C. La Tabla 9A presenta los resultados del experimento realizado para examinar el efecto de los cambios en la Condición Previa 1 sobre la formación de la primera capa de film elastómero. La Tabla 9B expone los resultados del experimento realizado para examinar el efecto de los cambios en la Condición Previa 2 sobre la formación de la segunda capa de film elastómero. La Tabla 9C presenta los resultados del experimento realizado para examinar el efecto de los cambios en la Condición Previa 3 sobre la formación de la tercera capa de film elastómero. Debe indicarse que el procedimiento utilizado para determinar el contenido de agua de un producto particular da como resultado la destrucción del producto, y por tanto se requirieron pruebas separadas para acumular los resultados de contenido de agua para cada capa, obteniéndose el conjunto de tablas A, B y C.

En estas tablas, "secado" se refiere a un contenido de agua comprendido entre 1 y 22%, y "secado parcialmente" se refiere a un contenido de agua > 22%.

Los resultados muestran que el contenido de agua de los films después del secado (específicamente, secado parcial) es crítico para las propiedades del film/guante producido. Los resultados muestran también que la temperatura de la superficie no es crítica para un recubrimiento fácil/satisfactorio, con tal que se alcance el contenido de agua necesario correspondiente al secado parcial.

EJEMPLO 6

El Ejemplo 6 se realizó para investigar con mayor detalle el impacto que tienen temperaturas de secado más altas (combinadas con tiempos de secado más cortos) sobre los films/guantes elastómeros producidos en el proceso. Se deseaba investigar el efecto de los cambios en el contenido de agua y la temperatura de la superficie de la capa o capas de film elastómero sobre el molde después de aplicación de una capa ulterior de film elastómero (v.g. el efecto de los cambios en la Condición Previa 2).

Los tests se realizaron utilizando la Composición de Guantes 1, y el Procedimiento General 1, controlándose los parámetros de proceso como sigue:

Paso 1.2 Inmersión en coagulante a 60°C (60 a 62°C), pH 7,9, 9,7% $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$.

Paso 1.3 Ajuste del horno a 120°C.

Paso 1.4 Temperatura de la superficie de aproximadamente 59°C (entre 55°C y 68°C).

Paso 1.5 Inmersión en la Composición de Guantes 1 a 12,7% de concentración de sólidos totales, pH 9,7, a una temperatura entre 25°C y 29°C durante 5 segundos.

Paso 1.6 Secado a una temperatura elevada de 247°C durante un periodo de tiempo entre 10 segundos y 350 segundos, como se indica en la Tabla 10.

Paso 1.7 Detalles de la Condición Previa 2 que incluyen la temperatura de la superficie que se calculó para dos muestras y se promedió. Al final del procedimiento, se calculó y registró también el contenido de agua. Los datos medios se presentan en la Tabla 10.

Paso 1.8 Inmersión en la Composición de Guantes 1 a 17,2% de concentración de sólidos totales, pH 9,7, 26°C - 29°C durante 5 segundos. Se hicieron luego observaciones en cuanto a la calidad del recubrimiento sobre el molde después de esta segunda inmersión.

Los pasos 1.9-1.11 no se realizaron (sólo 2 capas).

Pasos 1.12-1.16 como se describe en el Procedimiento General 1.

Los resultados de este ejemplo demuestran que la combinación de una temperatura elevada de la superficie con un contenido bajo de agua (inferior a 22%) da como resultado dificultades de recubrimiento y un producto deficiente. Los resultados demuestran también que una combinación de una temperatura más baja de la superficie con un contenido de agua mayor (superior a 22%) da como resultado una buena calidad del recubrimiento. En tercer lugar, los resultados demuestran que cuando el contenido de agua es bajo debido a las condiciones de calentamiento rápido/elevado, pero la temperatura de la superficie está dentro del intervalo encontrado que daba buenos resultados de recubrimiento en los ejemplos previos (debido al breve tiempo de calentamiento), a pesar de la temperatura satisfactoria de la superficie, la calidad del recubrimiento y el producto es deficiente. Esto demuestra que el factor crítico a controlar para alcanzar un recubrimiento y calidad de producto óptimos es el contenido de agua, y no la temperatura de la superficie o la duración del calentamiento.

TABLAS

COMPOSICIONES DE GUANTE UTILIZADAS EN LOS EJEMPLOS :

Composición de Guante 1 - TABLA 1	
Partes de Ingrediente por 100 de "caucho" seco	phr
Caucho Nitrilo-Butadieno Carboxilado	100
Hidróxido de potasio	1,50
Agente de reticulación	
(i) Óxido de cinc	0,70
(ii) Azufre	1,10
Acelerador	
(i) Antioxidante de dibutil-ditiocarbamato de cinc	0,65
(i) Wingstal L (el producto de p-cresol y dicitlopentadieno)	0,20
Dióxido de titanio	3,50
Colorante:	
Flexobrite Azul BRN	0,14
Agua	Cantidad hasta alcanzar TSC
Composición de Guante 2 - Tabla 2	
Partes de Ingrediente por 100 de "caucho" seco	phr
Caucho Nitrilo-Butadieno Carboxilado	100
Hidróxido de potasio	1,50
Agente de reticulación	
(i) Óxido de cinc	1,07
(ii) Azufre	1,05
Acelerador	
(i) Antioxidante de dibutil-ditiocarbamato de cinc	0,35
(i) Wingstal L (el producto de p-cresol y dicitlopentadieno)	0,20

COMPOSICIONES DE GUANTE UTILIZADAS EN LOS EJEMPLOS :	
Composición de Guante 1 - TABLA 1	
Partes de Ingrediente por 100 de "caucho" seco	phr
Dióxido de titanio	4,00
Colorante:	
Flexobrite Violeta411/78S	0,32
Flexobrite Azul Celeste 72249	0,19
Flexobrite Carmín 11/78	0,01
Agua	Cantidad hasta alcanzar TSC

Composición de Guante 3 - Tabla 3	Phr
Partes de Ingrediente por 100 de "caucho" seco	
Caucho Nitrilo-Butadieno Carboxilado	100
Hidróxido de potasio	1,5
Agente de reticulación	
(i) Óxido Metálico / Óxido No Metálico	Como se muestra en la Tabla 4
(ii) Azufre	0,10
Antioxidante	
(i) Wingstal L (el producto de p-cresol y dicitopentadieno)	0,40
Dióxido de titanio	4,0
Colorante:	
Flexobrite Violeta 411/78S	0,14
Flexobrite Azul Celeste 72249	0,09
Flexobrite Carmín 11/78	0,01
Agua	Cantidad hasta alcanzar TSC

Tabla 4: Agente de reticulación (CLA) utilizado y cantidad

Agente de reticulación	Partes por 100 de caucho seco			
MgO (Óxido de Magnesio)	0,5	2,0	4,0	8,0
TETD (Disulfuro de tetraetiltiuram)	0,5	2,0	4,0	8,0
Composición de Guante 4 - Tabla 5				
Partes de Ingrediente por 100 de "caucho" seco	phr			
Caucho Nitrilo-Butadieno Carboxilado	100			
Hidróxido de potasio	1.50			
Agente de reticulación				
(i) Óxido de cinc	1.50			
(ii) Azufre	0.20			
Antioxidante				
(i) Wingstal L (el producto de p-cresol y dicitopentadieno)	0.20			
Dióxido de titanio	4.00			

Agente de reticulación	Partes por 100 de caucho seco
Colorante:	
Flexobrite Violeta 411/78S	0.14
Flexobrite Azul Celeste 72249	0.09
Flexobrite Carmín 11/78	0.01
Agua	Cantidad hasta alcanzar TSC

TABLAS DE RESULTADOS DE TEST

Tabla 6:

CLA	pHr	Solución Coagulante Ca(NO3)2 (%)	Látex			Espesor (mm)			Defecto de Barrera		Durabilidad	Pegajosidad	Uniformidad de Recubrimiento
			TSC (%)	Temp (°C)	Tiempo (s)	Capa 1	Capa 2	Capa 3	Fuga de agua	Cumplimiento con ASTM D 6319 (Pasa/Falla)			
MgO	0,5	0,5	3	10	1	0,05	0,05	0,05	1/100	Pasa	OK	Mínima	Uniforme
		5,0	10	25	5	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	Satisfactoria	Mínima	Uniforme
		10,0	20	40	10	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		15,0	25	50	15	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		20,0	30	60	20	0,12	0,04	0,04	1/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		30,0	40	60	5	0,22	0,04	0,04	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
	2,0	0,5	3	10	1	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	Satisfactoria	Mínima	Uniforme
		5,0	10	25	5	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		10,0	20	40	10	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		15,0	25	50	15	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		20,0	30	60	20	0,13	0,05	0,04	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		30,0	40	60	5	0,21	0,04	0,06	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
	4,0	0,5	3	10	1	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		5,0	10	25	5	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		10,0	20	40	10	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		15,0	25	50	15	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		20,0	30	60	20	0,13	0,04	0,04	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		30,0	40	60	5	0,21	0,04	0,05	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
	8,0	0,5	3	10	1	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		5,0	10	25	5	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		10,0	20	40	10	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		15,0	25	50	15	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		20,0	30	60	20	0,13	0,04	0,04	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme
		30,0	40	60	5	0,21	0,04	0,05	0/100	Pasa	Satisfactoria	Ninguna	Uniforme

Tabla 6: (continuación)

CLA	pHr	Solución Coagulante Ca(NO ₃) ₂ (%)	Látex			Espesor (mm)			Defecto de Barrera		Durabilidad 0(horas)	Pegajosidad	Uniformidad de Recubrimiento
			TSC (%)	Temp (°C)	Tiempo (s)	Capa 1	Capa 2	Capa 3	Fuga de agua	Cumplimiento con ASTM D 6319 (Pasa/Falla)			
TETD	0,5	0,5	3	10	1	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	1	2	1
		5,0	10	25	5	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	1	1	1
		10,0	20	40	10	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	1	1	1
		15,0	25	50	15	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	1	1	1
		20,0	30	60	20	0,13	0,05	0,04	0/100	Pasa	1	1	1
		30,0	40	60	5	0,21	0,04	0,06	0/100	Pasa	1	1	1
	2,0	0,5	3	10	1	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	1	1	1
		5,0	10	25	5	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	1	1	1
		10,0	20	40	10	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	1	1	1
		15,0	25	50	15	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	1	1	1
		20,0	30	60	20	0,12	0,05	0,04	0/100	Pasa	1	1	1
		30,0	40	60	5	0,20	0,05	0,05	0/100	Pasa	1	1	1
	4,0	0,5	3	10	1	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	1	1	1
		5,0	10	25	5	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	1	1	1
		10,0	20	40	10	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	1	1	1
		15,0	25	50	15	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	1	1	1
		20,0	30	60	20	0,12	0,05	0,04	0/100	Pasa	1	1	1
		30,0	40	60	5	0,20	0,05	0,05	0/100	Pasa	1	1	1
	8,0	0,5	3	10	1	N.C.	N.C.	N.C.	1/100	Pasa	1	1	1
		5,0	10	25	5	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	1	1	1
		10,0	20	40	10	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	1	1	1
		15,0	25	50	15	N.C.	N.C.	N.C.	0/100	Pasa	1	1	1
		20,0	30	60	20	0,13	0,05	0,04	0/100	Pasa	1	1	1
		30,0	40	60	5	0,21	0,04	0,05	0/100	Pasa	1	1	1

N.C.= No calculado

Tabla 7:

Tiempo en el horno de secado 1 (después de la 1ª inmersión)	Condición Previa 2		Observación sobre la calidad de la 2ª capa de inmersión				
	Temp de la Superficie (°C)	Contenido de agua (%)	Retención de látex	Marca de flujo de látex	Formación de grumos de caucho	Puntos delgados/débiles	Contracción
0	53	90,70	Buena	No	No	No	Sí
2	51	74,64	Buena	No	No	No	No
4	51	61,96	Buena	No	No	No	No
6	48	67,04	Buena	No	No	No	No
8	45	84,56	Buena	No	No	No	No
10	46	55,17	Buena	No	No	No	No
12	48	69,17	Buena	No	No	No	No
20	52	72,14	Buena	No	No	No	No
40	44	73,35	Buena	No	No	No	No
60	42	73,76	Buena	No	No	No	No
80	40	74,02	Buena	No	No	No	No
100	42	68,75	Buena	No	No	No	No
120	42	64,10	Buena	No	No	No	No
150	44	63,07	Buena	No	No	No	No
180	41	64,38	Buena	No	No	No	No
210	44	61,18	Buena	No	No	No	No
240	45	48,10	Buena	No	No	No	No
300	39	29,22	Buena	No	No	No	No
300*	44	29,34	Buena	No	No	No	No
350	40	16,58	No	No	No	No	Sí
350*	43	16,79	No	No	No	No	Sí
350*	41	21,66	No	No	No	No	No
400	44	26,87	No	No	No	No	Sí
400*	56	1,88	No	No	No	No	No
450	41	83,13	No	No	No	No	Sí
450*	41	6,00	No	No	No	No	No
500	45	7,05	No	Sí	No	No	Sí
550	39	6,68	No	Sí	No	No	Sí
600	62	1,79	No	Sí	No	No	Sí
650	52	3,82	No	Sí	No	No	Sí
700	77	1,95	No	Sí	No	No	Sí
750	75	0,81	No	Sí	No	No	Sí
800	70	0,93	No	Sí	No	No	Sí
850	73	0,62	No	Sí	No	No	Sí
900	73	4,00	No	Sí	No	No	Sí
950	80	2,76	No	Sí	No	No	Sí
1000	91	3,07	No	Sí	No	No	Sí

Tabla 7: (continuación)

Tiempo en el horno de secado 1 (después de la 2ª inmersión)	Condición Previa 3		Observación sobre la calidad de la 3ª capa de inmersión			
	Muestra con primera capa sumergida	Muestra con segunda capa sumergida	Contenido de agua (%)	Retención de látex	Marca de flujo de látex	Formación de grumos de caucho
0	58	50	77,81	Satisfactoria	No	No
2	40	34	76,46	Satisfactoria	No	No
4	41	35	78,29	Satisfactoria	No	No
6	49	39	76,00	Satisfactoria	No	No
8	50	40	76,45	Satisfactoria	No	No
10	49	41	77,21	Satisfactoria	No	No
12	49	39	76,47	Satisfactoria	No	No
20	59	39	76,37	Satisfactoria	No	No
40	42	37	75,61	Satisfactoria	No	No
60	41	38	69,58	Satisfactoria	No	No
80	40	35	66,36	Satisfactoria	No	No
100	45	38	68,47	Satisfactoria	No	No
120	42	39	71,07	Satisfactoria	No	No
150	44	41	65,94	Satisfactoria	No	No
180	46	42	55,10	Satisfactoria	No	No
210	40	41	45,96	Satisfactoria	No	No
240	44	37	51,54	Satisfactoria	No	No
300-1000	No se continuó hasta la tercera inmersión					

Tabla 8

Horno de Secado 1, Tiempo (s)	Condición Previa 2		Observaciones acerca de la calidad de la 2ª capa de látex				
	Temp de la Superficie (°C)	Contenido de agua (%)	Retención de Látex	Marca de Flujo de Látex	Formación de Grumos de Caucho	Puntos Delgados / Débiles	Contracción
240	40	55,43	Satisfactoria	No	No	No	Yes
300	40	53,15	Satisfactoria	No	No	No	No
350	40	47,20	Satisfactoria	No	No	No	Yes
400	40	11,56	No	Sí	No	No	Sí
450	40	21,51	No	Sí	No	No	Sí
500	40	4,06	No	Sí	No	No	Sí
550	40	2,08	No	Sí	No	No	Sí
600	40	6,15	No	Sí	No	No	Sí
650	40	7,58	No	Sí	No	No	Sí
700	40	0,79	No	Sí	No	No	Sí
750	40	7,44	No	Sí	No	No	Sí
800	40	0,65	No	Sí	No	No	Sí
850	40	4,19	No	Sí	No	No	Sí
900	40	5,58	No	Sí	No	No	Sí
950	40	4,85	No	Sí	No	No	Sí
1000	40	5,38	No	Sí	No	No	Sí

Tabla 9A:

Temp Propuesta de la Superficie en la Condición Previa 1 (°C)	Temp Real de la Superficie Después de Calentamiento en el Horno	Observaciones después de la 1ª capa de inmersión					
		Observación acerca de la primera capa de inmersión en látex	Retención de látex	Marca de Flujo de Látex	Formación de Grumos de Caucho	Puntos Delgados / Débiles	Contracción
<25	25	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	Sí	No
<30	29	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	Sí	No
30-45	39	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	No	No
45-53	49	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	No	No
53-69	61	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	No	No
70-80	70	Retención aceptable	Satisfactoria	Moderada	No	No	No
	75	Retención aceptable	Satisfactoria	Moderada	No	No	No

(Continuación)

Temp Propuesta de la Superficie en la Condición Previa 1 (°C)	Temp Real de la Superficie Después de Calentamiento en el Horno	Observaciones después de la 1ª capa de inmersión					
		Observación acerca de la primera capa de inmersión en látex	Retención de látex	Marca de Flujo de Látex	Formación de Grumos de Caucho	Puntos Delgados / Débiles	Contracción
	80	Retención aceptable	Satisfactoria	Moderada	No	No	No
80-85	84	Retención aceptable	Satisfactoria	Mala	No	No	No
85-95	92	Retención aceptable	Satisfactoria	Mala	No	Sí	Sí
95-120	106	Retención aceptable	Satisfactoria	Mala	No	Sí	Sí
>120	122	Retención aceptable pero contracción del film de gel en la palma	Satisfactoria	Mala	No	Sí	Sí

Tabla 9B:

Temp Propuesta de la Superficie en la Condición Previa 2 (°C)	Condición Previa 2		Observaciones después de la 2ª capa de inmersión				
	Temp de la Superficie antes de la 2ª Inmersión en Látex	Contenido de agua (%)	Observación acerca de la superficie después de la 2ª Capa de Inmersión	Retención de Látex	Marca de Flujo de Látex	Puntos Delgados / Débiles	Grumos de Caucho o Contracción
<25	25	64,24	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	No
25-30	28	62,66	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	No
30-35	33	64,36	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	No
35-55	45	23,14	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	No
55-65	60	1,13	Retención aceptable	Mala	Mala	Sí	No
65-75	70	2,23	Retención aceptable	Mala	Mala	Sí	No
75-90	83	1,07	Retención aceptable	Mala	Mala	Sí	No
90-120	105	0,92	Retención aceptable	Mala	Mala	Sí	No
>120	120	2,12	La segunda capa de látex no puede aplicarse uniformemente sobre la 1ª capa	Mala	Mala	Sí	No

Tabla 9C:

Temp Propuesta de la Superficie en la Condición Previa 3 (°C)	Condición Previa 3		Observaciones después de la 3ª capa de inmersión				
	Temp de la Superficie antes de la 3ª Inmersión en Látex	Contenido de agua (%)	Observación acerca de la superficie después de la 3ª Capa de Inmersión	Retención de látex	Marca de Flujo de Látex	Puntos Delgados / Débiles	Grumos de Caucho o Contracción
<25	23	61.62	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	No
25-30	28	66.57	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	No
30-35	33	65.20	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	No
35-55	46	39.54	Retención aceptable	Satisfactoria	Satisfactoria	No	No
55-65	70	0.46	La tercera capa de látex no puede aplicarse sobre la segunda capa	Mala	Mala	No	No
65-75	74	4.31		Mala	Mala	No	No
75-90	83	2.88		Mala	Mala	No	No
90-120	104	0.62		Mala	Mala	No	No
>120	121	0.64		Mala	Mala	No	No

Tabla 10:

Tiempo en el Horno de Secado (s)	Condición Previa 2		Observaciones acerca de la 2ª capa sumergida				
	Temp de la Superficie (°C)	Contenido de agua (%)	Retención de látex	Marca de Flujo de Látex	Formación de Grumos de Caucho	Puntos Delgados / Débiles	Contracción
10	49	74,84	Satisfactoria	No	No	No	No
20	54	66,76	Satisfactoria	No	No	No	No
30	55	60,01	Satisfactoria	No	No	No	No
40	56	67,36	Satisfactoria	No	No	No	No
50	55	72,39	Satisfactoria	No	No	No	No
60	55	62,65	Satisfactoria	No	No	No	No
70	55	69,36	Satisfactoria	No	No	No	No
80	56	54,47	Satisfactoria	No	No	No	No
110	58	52,43	Satisfactoria	No	No	No	No
120	57	35,20	Satisfactoria	No	No	No	No
130	61	24,45	Satisfactoria	Sí	No	No	No
140	50	20,51	No	Sí	No	No	No
170	53	5,56	No	Sí	No	No	No
200	54	2,30	No	Sí	No	No	No
230	80	9,27	No	Sí	No	No	No
260	85	5,08	No	Sí	No	No	No

Tiempo en el Horno de Secado (s)	Condición Previa 2		Observaciones acerca de la 2ª capa sumergida				
	Temp de la Superficie (°C)	Contenido de agua (%)	Retención de látex	Marca de Flujo de Látex	Formación de Grumos de Caucho	Puntos Delgados / Débiles	Contracción
290	88	7,69	No	Sí	No	No	No
320	116	2,03	No	Sí	No	No	No
350	137	3,56	No	Sí	No	No	No

TÉCNICAS DE ENSAYO

- 5 Para todos los Ejemplos, se utilizaron las técnicas de ensayo siguientes.

Procedimientos Generales de Test

- 10 Los procedimientos de test se realizaron de acuerdo con ASTM D 6319-00 (Reaprobado en 2005), basándose en un tamaño de test de 100 muestras. Este estándar ASTM está disponible de ASTM International, y detalla las especificaciones estándar y los estándares de test utilizados para ensayar guantes de examen de caucho de nitrilo para aplicaciones médicas. Estos tests pueden aplicarse análogamente a films multicapa distintos de guantes.

Defectos de Barrera

- 15 El test de defectos de barrera para detección de orificios se realizó de acuerdo con ASTM D 5151-06, que está incorporado en ASTM D 6319-00.

- 20 Este test implica verter un mínimo de 1000 cm³ de agua que tiene una temperatura ambiente de 15°C a 30°C en la parte superior de un mandril al cual está fijado el guante. El guante se evalúa luego visualmente en cuanto a pérdida inmediata de agua y pérdida de agua al cabo de 2 minutos. La proporción de pérdida de agua por una muestra de 100 guantes se evaluó como sigue:

- 25 1 = Excelente: < 1/100
2 = Satisfactoria: 2/100
3 = Mediocre: 3/100
4 = Deficiente: 4/100
5 = Muy deficiente: 5/100

Contenido de agua

El contenido de agua de cualquier film en un molde, que puede tener la forma de un guante, se determina por el método siguiente:

- 35 (i) Pesar el molde junto con el film recubierto húmedo (film de condición previa) y registrar el peso Y₁.
(ii) Secar (i) en un horno durante 60 minutos a 120°C.
(iii) Dejar (ii) en un desecador durante 10 minutos para enfriamiento.
(iv) Pesar (iii) y registrar el peso, Y₂ (film seco y molde).
40 (v) Calcular el contenido de agua como $((Y_1 - Y_2)/(Y_1 - Y_0))_1 \times 100\%$, donde Y₀ es el peso neto del molde sin recubrimiento.

Pegajosidad de los guantes

- 45 La pegajosidad de los guantes se evaluó en un tamaño de muestra de 100 guantes. Los guantes fueron evaluados por personas que usan guantes elastómeros como parte de su trabajo y se evaluó el nivel de pegajosidad de lotes de 20 guantes al mismo tiempo, utilizando el sistema de clasificación siguiente:

- 50 1 = no pegajoso ("ninguno")
2 = poco pegajoso ("mínimo")
3 = pegajoso ("pegajoso")
4 = muy pegajoso ("muy")
5 = pegajosidad muy alta ("alta")

El valor medio de los 5 lotes de 20 guantes se evaluó al número redondo más próximo para dar el nivel de pegajosidad para el tamaño de muestra de 100 guantes.

Retención del látex

- 5 La retención del látex se refiere a la retención o mojado de la composición para formar un film elastómero sobre el molde, o cualquier recubrimiento o capa exterior sobre el molde. Esto se determina por inspección visual como satisfactoria (marcada "satisfactoria") o mala/ausente ("deficiente"/"nula").

Marca de flujo del látex

- 10 La marca de flujo del látex se refiere a la aparición de una marca de flujo en la que la composición parece fluir fuera del molde, o fuera de la composición que se ha aplicado como recubrimiento o depositado antes del recubrimiento actual. Las causas de una marca de flujo pueden incluir una fuerza de gel deficiente de la composición durante la inmersión, por lo cual la composición requiere un tiempo más largo para depositarse sobre el molde o la capa o capas depositadas previamente, mala retención o adhesión deficiente. Esto se evalúa por inspección visual como presente (registrada como "sí" o "mala" o "moderada" para indicar el grado) o como no presente (registrada como "no" o "satisfactoria").

Uniformidad del recubrimiento

Se evalúa visualmente si el recubrimiento es 1, y se registra como "1" o no 1 ("no").

Adhesión entre las capas de film elastómero

- 25 La adhesión entre las capas se evalúa por inspección visual durante el proceso de inmersión - es decir, en el momento en el que el molde se extrae de la composición, o por evaluación del producto final.

Formación de Grumos de Caucho

- 30 La formación de grumos de caucho se refiere a la formación de grumos de la composición para formar el film elastómero sobre el molde, o a una superficie rugosa/grumosa de la composición sobre el molde. Esto puede evaluarse en el momento en que el molde se retira de la composición, o en el producto final. Esto se evalúa por inspección visual como presente (registrado como "sí") o no presente (registrado como "no").

Puntos delgados o débiles

- 35 La presencia o ausencia de puntos delgados o débiles se ensaya por inflamamiento del punto final con aire, e inspección visual del producto en cuanto a puntos delgados o débiles. Los puntos delgados o débiles se registran como presentes ("sí") o ausentes ("no").

Contracción

- 45 Se permite un pequeño nivel de contracción en los productos, la cual surge como resultado de la evaporación de humedad por las capas de composición para formar el film elastómero. Para un producto guante de 27 cm de longitud (en el punto en el que el molde se retira de la composición para formación de la última capa), se produce normalmente una contracción de aproximadamente 0,5 cm de longitud al cabo de unos cuantos segundos (menos de 10 segundos) a partir del momento de retirada de la composición pero antes del secado. En el caso de un producto guante, la contracción de 4 veces este nivel, o más de 2 cm en una longitud de 27 cm, se considera que es un nivel de contracción inaceptable, y se registra en las tablas de test de contracción como presente ("sí"). Si el nivel de contracción es 1 cm o menos, éste se registra como no presente ("no").

Test de Durabilidad

- 55 Los pasos de test siguientes se adoptaron para determinar la durabilidad de los guantes en un intervalo de condiciones de temperatura y humedad. Los guantes eran llevados por personas implicadas en una gama de trabajos, que incluía al menos los tres trabajos siguientes: (i) trabajo de oficina, (ii) empaquetado de productos en cajas y (iii) trabajo de laboratorio/control de calidad/R&D.

- 60 1. Acondicionar los guantes durante 30 minutos en desecador.
2. Proporcionar guantes a como mínimo 3 ensayadores implicados en los 3 trabajos - trabajo de oficina, empaquetado y trabajo de laboratorio.

3. Registrar el tiempo transcurrido hasta que el guante se desgarró cuando es utilizado por dicho ensayador.
4. Cada ensayador prueba 5 muestras de guantes y registra el tiempo hasta la rotura para cada muestra.

Para los resultados de las 15 pruebas, se determinó el tiempo medio antes del desgarro de las muestras de guantes.
5 La durabilidad se clasificó luego como sigue:

- 1 hora o menos - durabilidad deficiente ("deficiente") en la Tabla 6
- > 1 hora a 3 horas - durabilidad aceptable("OK")
- > 3 horas - durabilidad satisfactoria ("satisfactorio")

10

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir un film o artículo elastómero multi-estratificado, comprendiendo el método:

- 5 (i) sumergir un molde en una composición para producir un film elastómero que tiene un contenido total de sólidos comprendido entre 5% y 40%, a fin de producir una capa de composición de film elastómero sobre el molde,
- (ii) secar parcialmente la capa de composición de film elastómero sobre el molde para reducir el contenido total de agua de la composición de film elastómero hasta un nivel no inferior a 22%,
- 10 (iii) sumergir el molde recubierto con la capa de composición de film elastómero parcialmente secada en una composición para producir un film elastómero que tiene un contenido total de sólidos comprendido entre 5% y 40% a fin de producir una capa ulterior de composición de film elastómero sobre el molde,
- (iv) repetir opcionalmente el paso de secado parcial (ii) y el paso de inmersión ulterior (iii), y
- 15 (v) secar y curar las capas de composición de film elastómero sobre el molde.
2. El método de la reivindicación 1, en donde el paso de secado parcial (ii) se controla para reducir el contenido de agua hasta un nivel menor que 90%, pero no inferior a 22%.
3. El método de la reivindicación 2, en donde el paso de secado parcial (ii) se controla para reducir el contenido de agua hasta un nivel menor que 80%, pero no inferior a 25%.
4. El método de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el paso de secado parcial (ii) se controla de tal modo que al final del secado parcial la temperatura de la superficie del film de la composición de film elastómero sobre el molde está comprendida entre 25°C y 85°C.
- 25 5. El método de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el paso de secado parcial (ii) alcanza una temperatura de la superficie del film comprendida entre 40°C y 80°C.
6. El método de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el paso de secado parcial (ii) comprende someter el molde recubierto a condiciones de secado a una temperatura superior a la del ambiente.
- 30 7. El método de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el molde se somete a calentamiento antes del paso de inmersión (i).
8. El método de la reivindicación 7, en donde el paso de calentamiento comprende calentar hasta elevar la temperatura de la superficie a una temperatura comprendida en el intervalo de 25°C a 85°C.
9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende adicionalmente los pasos de:
- 40 (a) sumergir el molde en un coagulante que contiene iones multivalentes en solución, y
- (b) secar o secar parcialmente el molde sumergido en coagulante,
- antes del paso (ii).
10. El método de la reivindicación 9, en donde el molde se calienta antes de la inmersión en el coagulante.
- 45 11. El método de la reivindicación 10, en donde el molde se calienta hasta una temperatura de la superficie comprendida en el intervalo de 30°C a 70°C.
12. El método de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el film o artículo tiene entre 2 y 15 capas.
- 50 13. El método de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el paso (iv) de repetición del paso de secado parcial (ii) y el paso de inmersión ulterior (iii), se lleva al cabo al menos una vez.
14. El método de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición para producir un film elastómero comprende un polímero formador de elastómero y un agente de reticulación.
- 55 15. El método de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el molde es un molde en forma de guante, y el artículo elastómero es un guante.
- 60