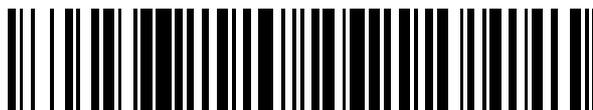


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 488 136**

51 Int. Cl.:

C08J 9/04 (2006.01)

C08K 3/36 (2006.01)

C08L 33/08 (2006.01)

C09J 7/02 (2006.01)

C09J 4/02 (2006.01)

C08F 220/18 (2006.01)

C09J 133/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.06.2010 E 10789998 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.06.2014 EP 2443185**

54 Título: **Espumas poliméricas**

30 Prioridad:

18.06.2009 US 218238 P

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

26.08.2014

73 Titular/es:

**3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY
(100.0%)**

**3M Center Post Office Box 33427
Saint Paul, MN 55133-3427, US**

72 Inventor/es:

ZOLLER, PANU K.

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 488 136 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

Espumas poliméricas

Campo

5 La presente descripción se refiere a espumas poliméricas que contienen bajas cantidades de sílice de alta superficie específica. También se describen espumas adhesivas de fusión en caliente, cintas que incorporan tales espumas, y métodos para prepararlas.

Sumario

10 Brevemente, en un aspecto, la presente descripción proporciona una espuma que comprende un polímero, una pluralidad de microesferas poliméricas expandibles por lo menos parcialmente expandidas, y de 0,3 a 1,5% en peso de una sílice que tiene una superficie específica de 300 metros cuadrados por gramo tal como se mide según la ASTM D1993-03(2008). En algunas realizaciones, la espuma comprende por lo menos 0,5% en peso de la sílice. En algunas realizaciones, la espuma comprende no más del 1% en peso de la sílice.

En algunas realizaciones, el polímero comprende un polímero acrílico. En algunas realizaciones, el polímero comprende una mezcla de un polímero acrílico de bajo peso molecular y un polímero acrílico de alto peso molecular.

15 En algunas realizaciones, la cinta de espuma comprende la espuma y un primer adhesivo unido a una primera superficie de la espuma. En algunas realizaciones, la cinta de espuma comprende adicionalmente un segundo adhesivo unido a una segunda superficie de espuma opuesta al primer adhesivo.

20 En algunas realizaciones, por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende un adhesivo sensible a la presión. En algunas realizaciones, por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende un adhesivo térmicamente activado. En algunas realizaciones, por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende un polímero acrílico. En algunas realizaciones, por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende un copolímero de bloques. En algunas realizaciones, por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende un polímero de silicona. En algunas realizaciones, por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende una mezcla de por lo menos dos polímeros seleccionados del grupo que consiste en un polímero acrílico, un copolímero de bloques, y un polímero de silicona.

25

Breve descripción de los dibujos

La FIG. 1 ilustra una espuma ejemplar según algunas realizaciones de la presente descripción.

La FIG. 2 ilustra una cinta de espuma ejemplar según algunas realizaciones de la presente descripción.

Descripción detallada

30 Gehlsen et al. (Patentes de EE.UU. Nos. 6.103.152 y 6.797.371) describen varios métodos para producir espumas poliméricas, que incluyen espumas acrílicas. En algunas realizaciones, los métodos incluyen mezclar en masa fundida una composición polimérica con por lo menos una microesfera polimérica expandible ("epm") y extruir la composición a través de una boquilla para formar una espuma polimérica. Estas espumas se pueden curar a continuación por haz de electrones ("E-beam"). Las espumas se pueden combinar con una o más capas adhesivas para formar artículos adhesivos, por ejemplo, un artículo que comprende una capa de un adhesivo para la piel sobre cada superficie principal de un núcleo de espuma.

35

El documento US2004/197545 describe artículos de espuma polimérica basados en la combinación de una composición de polímero acrílico, basada en acrilato de isoocilo, ácido acrílico, y que comprende microesferas expandibles y sílice en forma de burbujas de vidrio.

40 Aunque tales artículos adhesivos se han usado con éxito en una amplia gama de aplicaciones, el presente inventor ha descubierto que la adición de pequeñas cantidades de sílice de alta superficie específica al núcleo de espuma da como resultado una mejora sorprendente de varias propiedades mecánicas clave que incluyen una o más de elongación en la rotura, resistencia de cohesión, y adhesión entre capas.

45 En algunas realizaciones, la presente descripción proporciona una espuma que comprende un polímero, una pluralidad de microesferas poliméricas expandibles por lo menos parcialmente expandidas, y de 0,5 a 1,5% en peso de sílice que tiene una superficie específica BET de por lo menos 300 metros cuadrados por gramo.

50 Generalmente, la elección de polímero no está particularmente limitada. En algunas realizaciones, puede ser deseable seleccionar polímeros o mezclas de polímeros que son apropiadas para el procesado de extrusión de masa fundida. Los polímero ejemplares incluyen polímeros acrílicos, polímeros insolubles en acrilato, elastómeros que contienen grupos activables por radiación ultravioleta, y polímeros preparados de monómeros no fotopolimerizables.

En algunas realizaciones, el polímero puede comprender uno o más polímeros acrílicos, por ejemplo, polímeros y copolímeros adhesivos de acrilato y metacrilato. Tal como se usa aquí, el término "(met)acrilato" quiere decir acrilato y/o metacrilato, es decir, (met)acrilato de etilo se refiere a acrilato de etilo y/o metacrilato de etilo.

5 En algunas realizaciones, el polímero acrílico comprende el producto de reacción de por lo menos un éster acrílico o metacrílico de un alcohol alquílico no terciario y, opcionalmente, por lo menos un monómero de refuerzo copolimerizado. En algunas realizaciones, el polímero acrílico comprende por lo menos 70 partes, en algunas realizaciones, por lo menos 80 partes, por lo menos 90 partes, por lo menos 95 partes, o incluso 100 partes de por lo menos un éster acrílico o metacrílico de un alcohol alquílico no terciario. En algunas realizaciones, la composición adhesiva acrílica comprende no más de 30 partes, en algunas realizaciones no más de 20 partes, no más de 10 partes, no más de 5 partes, e incluso no más de 1 parte de por lo menos un monómero de refuerzo copolimerizado. En algunas realizaciones, la composición adhesiva acrílica no incluye un monómero de refuerzo copolimerizado.

10 En algunas realizaciones, el alcohol alquílico no terciario contiene de 4 a 20 átomos de carbono. Los ésteres de ácido acrílico ejemplares incluyen acrilato de isooctilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de butilo, acrilato de isobornilo, y sus combinaciones. Los ésteres de ácido metacrílico ejemplares incluyen los análogos de metacrilato de estos ésteres de ácido acrílico.

15 En algunas realizaciones, el monómero de refuerzo copolimerizado se selecciona del grupo que consiste en ácido acrílico, ácido metacrílico, acrilato de 2-carboxietilo, N,N'-dimetilacrilamida, N,N'-dietilacrilamida, acrilato de butilcarbamoiletilo, y sus combinaciones.

20 En algunas realizaciones, puede ser deseable combinar por lo menos un polímero de (met)acrilato de alto peso molecular con por lo menos un polímero de (met)acrilato de bajo peso molecular.

En algunas realizaciones, el polímero puede incluir un copolímero de bloques. En algunas realizaciones, el copolímero de bloques comprende un bloque de caucho, R, y por lo menos un bloque vítreo, G. En algunas realizaciones, el copolímero de bloques comprende por lo menos tres bloques vítreos. En algunas realizaciones, el primer copolímero de bloques comprende entre tres y cinco bloques vítreos, inclusive. En algunas realizaciones, el primer copolímero de bloques comprende cuatro bloques vítreos.

25 En algunas realizaciones, el primer copolímero de bloques es un copolímero de bloques multi-brazo que tiene la fórmula general Q_n-Y , en la que Q representa un brazo del copolímero de bloques multi-brazo; n representa el número de brazos y es un número entero de por lo menos 3; e Y es el resto de un agente de copulación multifuncional. Cada brazo, Q, independientemente tiene la fórmula R-G, en la que G representa el bloque vítreo; y R representa el bloque de caucho.

30 Generalmente, un bloque de caucho exhibe una temperatura de transición vítrea (T_g) de menos de temperatura ambiente. En algunas realizaciones, la T_g del bloque de caucho es menor de 0°C , o incluso menos de alrededor de -10°C . En algunas realizaciones, la T_g del bloque de caucho es menor de -40°C , o incluso menor de -60°C .

35 Generalmente, un bloque vítreo exhibe una T_g mayor que la temperatura ambiente. En algunas realizaciones la T_g del bloque vítreo es por lo menos 40°C , por lo menos 60°C , por lo menos 80°C , o incluso por lo menos 100°C .

En algunas realizaciones, el bloque de caucho comprende un dieno conjugado polimerizado, un derivado hidrogenado de un dieno conjugado polimerizado, o sus combinaciones. En algunas realizaciones, los dienos conjugados comprenden de 4 a 12 átomos de carbono. Los dienos conjugados ejemplares incluyen butadieno, isopreno, etilbutadieno, fenilbutadieno, piperileno, pentadieno, hexadieno, etilhexadieno, y dimetilbutadieno. Los dienos conjugados polimerizados se pueden usar individualmente o como copolímeros entre sí. En algunas realizaciones, el dieno conjugado se selecciona del grupo que consiste en isopreno, butadieno, copolímeros de etileno y butadieno, y sus combinaciones.

40 En algunas realizaciones, por lo menos un bloque vítreo comprende un monómero aromático monovinílico polimerizado. En algunas realizaciones, ambos bloques vítreos de un copolímero tribloque comprenden un monómero aromático monovinílico polimerizado. En algunas realizaciones, los monómeros aromáticos monovinílicos comprenden de 8 a 18 átomos de carbono. Los monómeros aromáticos monovinílicos ejemplares incluyen estireno, vinilpiridina, viniltolueno, alfametilestireno, metilestireno, dimetilestireno, etilestireno, dietilestireno, t-butilestireno, di-n-butilestireno, ispropilestireno, otros estirenos alquilados, análogos de estireno y homólogos de estireno. En algunas realizaciones, el monómero aromático monovinílico se selecciona del grupo que consiste en estireno, monómeros o mezclas de monómeros compatibles con estireno, y sus combinaciones.

45 Tal como se usa aquí, "monómeros o mezclas de monómeros compatibles con estireno" se refiere a un monómero o mezcla de monómeros, que se pueden polimerizar o copolimerizar, que preferencialmente se asocian con poliestireno o con los bloques terminales de poliestireno de un copolímero de bloques. La compatibilidad puede surgir de la copolimerización real con estireno monómero; la solubilidad del monómero o mezcla compatible, o monómero o mezcla polimerizado en la fase de poliestireno durante el procesado en masa fundida o en disolvente; o la asociación del monómero o mezcla con el dominio de fase rica en estireno al reposar después de procesar.

En la fórmula general para algunos copolímeros de bloques multi-brazo de la presente descripción, Q_n-Y , n representa el número de brazos y es un número entero de por lo menos 3, es decir, el copolímero de bloques multi-brazo es un copolímero de bloques en estrella. En algunas realizaciones, n varía de 3-10. En algunas realizaciones, n varía de 3-5. En algunas realizaciones, n es 4. En algunas realizaciones, n es igual a 6 o más.

5 En algunas realizaciones, el copolímero de bloques es un copolímero de bloques polimodal. Tal como se usa aquí, el término "polimodal" quiere decir que el copolímero comprende bloques vítreos que tienen por lo menos dos pesos moleculares diferentes. Tal copolímero de bloques se puede caracterizar también por tener por lo menos dos diferentes pesos moleculares. Tal copolímero de bloques se puede caracterizar también por tener por lo menos un bloque vítreo de "alto" peso molecular, y por lo menos un bloque vítreo de "bajo" peso molecular, en el que los términos alto y bajo se usan con relación uno del otro. En algunas realizaciones la relación del peso molecular promedio numérico del bloque vítreo de alto peso molecular, $(Mn)_H$, con relación al peso molecular promedio numérico del bloque vítreo de bajo peso molecular, $(Mn)_L$, es por lo menos 1,25.

10 En algunas realizaciones, $(Mn)_H$ varía de 5.000 a 50.000 gramos/mol. En algunas realizaciones, $(Mn)_H$ es por lo menos 8.000, y en algunas realizaciones por lo menos 10.000 g/mol. En algunas realizaciones, $(Mn)_H$ no es mayor de 35.000 g/mol. En algunas realizaciones, $(Mn)_L$ varía de 1.000 a 10.000 g/mol. En algunas realizaciones, $(Mn)_L$ es por lo menos 2.000, y en algunas realizaciones, por lo menos 4.000 g/mol. En algunas realizaciones, $(Mn)_L$ es menor de 9.000, y en algunas realizaciones, menor de 8.000 g/mol.

15 En algunas realizaciones, el copolímero de bloques es un copolímero de bloques asimétrico. Tal como se usa aquí, el término "asimétrico" quiere decir que los brazos del copolímero de bloques no son todos idénticos. Generalmente, un copolímero de bloques polimodal es un copolímero de bloques asimétrico (es decir, un copolímero de bloques asimétrico polimodal) ya que no todos los brazos de un copolímero de bloques polimodal son idénticos dado que los pesos moleculares de los bloques vítreos no son todos iguales. En algunas realizaciones, los copolímeros de bloques de la presente descripción son copolímeros de bloques asimétricos polimodales. Los métodos para preparar copolímeros de bloques polimodales asimétricos se describen en, por ejemplo, la patente de EE.UU. No. 5.296.547.

20 Generalmente, el agente de copulación multifuncional puede ser cualquier agente de copulación de polialqueno u otro material que se sabe que tiene grupos funcionales que pueden reaccionar con carbaniones del polímero vivo para formar polímeros reticulados. El agente de copulación de polialqueno puede ser alifático, aromático o heterocíclico. Los agentes de copulación de polialqueno alifático ejemplares incluyen polivinil- y polialquil-acetilenos, diacetilenos, fosfatos, fosfitos, y dimetacrilatos (por ejemplo, dimetacrilato de etileno). Los agentes de copulación de polialqueno aromático ejemplares incluyen polivinilbenceno, poliviniltolueno, polivinilxileno, polivinilantraceno, polivinilnaftaleno, y divinildureno. Los grupos polivinilo ejemplares incluyen los grupos divinilo, trivinilo, y tetravinilo. En algunas realizaciones, se puede usar divinilbenceno (DVD), y puede incluir o-divinilbenceno, m-divinilbenceno, p-divinilbenceno, y sus mezclas. Los agentes de copulación de polialqueno heterocíclico ejemplares incluyen divinilpiridina, y diviniltiofeno. Otros agentes de copulación multifuncionales apropiados incluyen haluros de silicio, poliepóxidos, poliisocianatos, policetonas, polianhídridos, y ésteres de ácido dicarboxílico.

25 En algunas realizaciones, el copolímero de bloques puede ser un copolímero de bloques lineal. Un copolímero de bloques lineal se puede describir por la fórmula



30 en la que R representa un bloque de caucho, G representa un bloque vítreo, y m , el número de bloques vítreos, es 1 o 2. En algunas realizaciones, m es uno, y el copolímero de bloques lineal es un copolímero dibloque que comprende un bloque de caucho y un bloque vítreo. En algunas realizaciones, m es dos, y el copolímero de bloques lineal comprende dos bloques terminales vítreos y un bloque medio de caucho, es decir, el copolímero de bloques lineal es un copolímero tribloque.

35 En algunas realizaciones, el bloque de caucho del segundo copolímero de bloques comprende un dieno conjugado polimerizado, uno de sus derivados hidrogenado, o sus combinaciones. En algunas realizaciones, los dienos conjugados comprenden de 4 a 12 átomos de carbono. Los dienos conjugados ejemplares incluyen cualquiera de los dienos conjugados ejemplares descritos anteriormente.

40 En algunas realizaciones, por lo menos un bloque vítreo, y en algunas realizaciones, cada bloque vítreo del segundo copolímero de bloques comprende un monómero aromático monovinílico polimerizado. En algunas realizaciones, los monómeros aromáticos monovinílicos comprenden de 8 a 18 átomos de carbono. Los monómeros aromáticos monovinílicos polimerizados ejemplares incluyen cualquiera de los monómeros aromáticos monovinílicos polimerizados ejemplares, como se describe anteriormente.

45 En algunas realizaciones, el polímero puede comprender un polímero de silicona.

50 En algunas realizaciones, el polímero puede incluir mezclas de dos o más polímeros, por ejemplo, mezclas de polímeros acrílicos de peso molecular alto y bajo, mezclas de uno o más polímeros acrílicos con uno o más copolímeros de bloques.

Las microesferas poliméricas expandibles generalmente caracterizan una envoltura polimérica termoplástica flexible que rodea un núcleo que comprende un líquido y/o un gas que se expande al calentar. Los ejemplos de microesferas poliméricas expandibles comercialmente disponibles incluyen aquellas disponibles con el nombre comercial MICROPEARL de Pierce & Stevens (Buffalo, New York) y Henkel AG; y EXPANCEL de Akzo-Nobel.

- 5 Generalmente, la cantidad de microesferas expandibles se selecciona basada en las propiedades deseadas de la espuma. En general, cuanto mayor sea la cantidad de microesferas, menor será la densidad resultante de la espuma. En algunas realizaciones, la espuma comprende por lo menos 0,1 partes en peso, y en algunas realizaciones por lo menos 0,5 partes en peso de microesferas expandibles por 100 partes de resina polimérica. En algunas realizaciones, la espuma comprende no más de 50 partes en peso, en algunas realizaciones, no más de 20 partes en peso de microesferas expandibles por 100 partes de resina polimérica.

- 10 Las espumas de la presente descripción incluyen pequeñas cantidades de una sílice de alta superficie específica. En algunas realizaciones, la espuma comprende de 0,3 a 1,5 partes en peso de sílice por 100 partes de resina polimérica. En algunas realizaciones, la espuma comprende por lo menos 0,5, o incluso 0,7 partes en peso de sílice por 100 partes de resina polimérica. En algunas realizaciones, la espuma comprende no más de 1,4 partes, o incluso no más de 1 parte en peso de sílice por 100 partes de resina polimérica.

- 15 Las partículas de sílice tienen una alta superficie específica con relación a las sílices que se han añadido típicamente como cargas. En algunas realizaciones, la superficie específica de la sílice es por lo menos 300 metros cuadrados por gramo, en algunas realizaciones, por lo menos 320 metros cuadrados por gramo, tal como se mide según la ASTM D1993-03(2008) "Standard Test Method for Precipitated Silica-Surface Area by Multipoint BET Nitrogen Adsorption"

20

Ejemplos

Tabla 1: Materiales usados en la preparación de los ejemplos

I.D.	Descripción	Fuente
Sílice-1	Sílice pirógena CAB-O-SIL M-5	Cabot Corporation (Boston, MA)
Sílice-2	Sílice pirógena CAB-O-SIL PTG	Cabot Corporation
Sílice-3	Sílice pirógena CAB-O-SIL HS-5	Cabot Corporation
Sílice-4	Sílice pirógena CAB-O-SIL EH-5	Cabot Corporation
Sílice-5	Sílice pirógena tratada en superficie CAB-O-SIL M-5	Cabot Corporation
F-100	Microesferas poliméricas expandibles MICROPEARL	Pierce & Stevens (Buffalo, NY)
2-EHA	Acrilato de 2-etilhexilo	
BA	Acrilato de butilo	
AA	Ácido acrílico	
IRGACURE 651	2,2-dimetoxi-2-fenilacetofenona	Ciba Specialty Chemicals Corp. (Tarrytown, NY)
IOTG	Tioglicolato de isooctilo	
KRATON 1161-D	Copolímero de bloques lineal de SIS (15% de S, 19% de dibloques)	Kraton Polymers, Inc. (Houston, Texas)
4900 CBM	Pigmento negro que tiene una mezcla 50/50 de negro de carbono en resina de copolímero de acetato de etilvinilo que tiene un índice de fusión de alrededor de 150	MA Hanna Color (Suwanee, Georgia)
IRGANOX 1010	Tetraquis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato de pentaeritritol	Ciba Specialty Chemicals Corp. (Tarrytown, NY)
TINUVIN 328	2-(2-hidroxi-3,5-di-(terc)-amilfenil)benzotriazol	Ciba Specialty Chemicals Corp. (Tarrytown, NY)
REGALITE R1125	Resina hidrocarbonada hidrogenada	Eastman Chemical Co. (Kingsport, TN)
CUMAR 130	Resina termoplástica aromática	Neville Chemical Co. (Pittsburgh, PA)
NYPLAST 222B	Plastificante de aceite nafténico	Nynas Naphthenics AB (Stockholm, Sweden)

Preparación de polímeros acrílicos

5 El polímero acrílico 1 (AP-1) se preparó mezclando 90 partes de 2-EHA; 10 partes de AA; 0,15 partes de IRGACURE 651; y 0,03 partes de IOTG. Se formaron envases de película discreta de una película de envase (película de copolímero de acetato de etilvinilo de 0,0635 mm de grosor comercializada como VA-24 Film de CT Film, Dallas, Texas). La composición de AP-1 se selló en los envases de película, que median aproximadamente 10 centímetros (cm) por 5 cm por 0,5 cm de grueso. Mientras estaban sumergidos en un baño de agua que se mantiene

10 entre 21°C y 32°C, los envases se expusieron a radiación ultravioleta (UV) que tiene una intensidad de 3,5 milivatios por centímetro cuadrado (mW/cm²), y una energía total de 1680 milijulios por centímetro cuadrado (mJ/cm²) tal como se mide en unidades NIST. El método de formar los envases y curarlos se describe en el Ejemplo 1 de la patente de EE.UU. No. 5.804.610.

15 El polímero acrílico 2 (AP-2) se preparó según el procedimiento para el AP-1 excepto que se usaron 85 partes de 2-EHA; 15 partes de AA; 0,15 partes de IRGACURE 651; y 0,8 partes de IOTG. Similarmente, el polímero acrílico 3 (AP-3) se preparó según el procedimiento para el polímero acrílico 1 excepto que la composición era de 95 partes de

2-EHA; 5 partes de AA; 0,15 partes de IRGACURE 651; y 0,02 partes de IOTG. Similarmente, el polímero acrílico 4 (AP-4) se preparó mezclando 45 partes de IOA; 45 partes de BA; 10 partes de AA; 0,15 partes de IRGACURE 651; y 0,06 partes de IOTG. El polímero acrílico AP-5 mezclando 90 partes de 2-EHA; 10 partes de AA; 0,15 partes de IRGACURE 651; y 0,02 partes de IOTG. AP-2, AP-3, AP-4, y AP-5 se colocaron en envases y se expusieron a energía de UV, según el procedimiento para la AP-1.

Se prepararon muestras sólidas (sin espumar) según las composiciones descritas en la Tabla 2 a continuación. Para cada muestra, las cantidades identificadas de AP-1 y AP-2 se colocaron en el bol de amasar la mezcla provisto de paletas de mezcla BANBURY, tal como se suministra por Brabender. Los materiales se mezclaron a 121°C (250°F) y 60 rpm durante tres minutos.

Estas muestras se evaluaron según el procedimiento de ensayo de cizalladura dinámica. Los resultados se dan en la Tabla 2.

Procedimiento de ensayo de cizalladura dinámica. Dos paneles de aluminio de 30 mm por 70 mm se imprimaron con la imprimación N200J (3M Company). Una muestra de 25 mm por 25 mm de la cinta se colocó entre las superficies imprimadas de los paneles de aluminio, uniéndolos conjuntamente cerca de los extremos de tal modo que las porciones sin unir de la dimensión de 70 mm de los paneles se extendía en sentidos opuestos. La muestra unida se envejeció a temperatura ambiente durante 24 horas. Las porciones sin unir de los paneles de aluminio se sujetaron con abrazaderas en las mordazas de un medidor de tracción INSTRON de tal modo que cuando se separaron las mordazas, se creó una fuerza de cizalladura por todo el grosor de la muestra de cinta. Las mordazas se separaron a 1,3 mm por minuto (0,05 pulgadas por minuto) y la fuerza máxima se da en la Tabla 2.

Tabla 2: Composición y cizalladura dinámica de muestras de acrilato sólidas

Muestra	Sílice			AP-3	AP-2	Cizalladura dinámica
	I.D	Superficie específica*	% en peso	% en peso	% en peso	Kg/(25 x 25 mm)
CE-1	ninguno	-	0	93%	7%	23,9
CE-2	PTG	200 m ² /g	2%	91%	7%	23,6
CE-3	TS-270	115 m ² /g	2%	91%	7%	26,6
EX-1	HS-5	325 m ² /g	2%	91%	7%	31,1
EX-2	EH-5	380 m ² /g	2%	91%	7%	32,6

* como se mide según la ASTM D1993-03(2008) "Standard Test Method for Precipitated Silica-Surface Area by Multipoint BET Nitrogen Adsorption"

Procedimiento de preparación de cinta de núcleo de espuma

Procedimiento de preparación de Adhesivo para la piel. Un adhesivo sensible a la presión se mezcló usando un extrusor de dos tornillos co-rotatorios (disponible de Berstorff). Se preparó un copolímero de bloques en estrella asimétrico polimodal ("PASBC") según la patente de EE.UU. No. 5.393.373. El polímero tenía pesos moleculares promedio numérico de 4.000 dalton y 21.500 dalton para los dos bloques terminales, 127.000-147.000 dalton para el brazo, y 1.100.000 dalton para la estrella medidos por SEC (cromatografía de exclusión de tamaño) calibrada usando estándares de poliestireno. El contenido de poliestireno era entre 9,5 y 11,5 por ciento en peso. Se estimó que el porcentaje en moles de brazos de alto peso molecular era 30%.

El copolímero de bloques asimétrico polimodal (31,2% en peso) y un copolímero de bloques de estireno-isopreno-estireno (SIS) (KRATON 1161-D) (13,4% en peso) se alimentaron en seco a una primera zona del extrusor. Usando un extrusor de alimentación de rodillo (disponible de Berstorff), se calentó polímero acrílico AP-4 (4% en peso) y se alimentó a la tercera zona del extrusor. Se alimentaron en seco antioxidante (IRGANOX 1010) (1,3% en peso), absorbente de luz ultravioleta (TINUVIN 328) (1,3% en peso), acetato de etilenvinilo pigmentado (EVA; 4900 CMB) (0,4% en peso); y el primer adhesivo (REGALITE R1125) (30,9% en peso); segundo adhesivo (CUMAR 130) (10,3% en peso); y plastificante (NYPLAST 222B) (7,2% en peso) se alimentaron en fundido a una caja revestida de silicona.

Procedimiento de preparación del núcleo de espuma. Una capa de núcleo de espuma se procesó en un extrusor de un solo tornillo BONNOT de 50 mm. El extrusor se hizo funcionar a 120°C. La mezcla se alimentó a continuación a la Zona 1 de un extrusor de dos tornillos (extrusor de dos tornillos co-rotativos BERSTORFF (ZE-40) de 40 mm) donde se mezcló con microesferas poliméricas expandibles F-100. Se usó un diseño de tornillo de mezcla estándar con transporte hacia adelante, seguido de secciones de amasado en la Zona 2, amasado inverso en la Zona 2, Zona 4 y Zona 6 con elementos de transporte de autolimpiado en las restantes zonas. La velocidad del tornillo era de 125 RPM. La temperatura del extrusor se estableció en 104°C, y la temperatura de la manguera y boquilla se

establecieron en 193°C. Este perfil de temperatura prevenía la expansión durante la mezcla y minimizaba la rotura de las microesferas poliméricas expandibles. El caudal del extrudado se controló usando una bomba de engranajes NORMAG. Las microesferas poliméricas expandibles se introdujeron con medida en la Zona 8 del extrusor de dos tornillos usando un alimentador KTron KCL-KC20 a una velocidad de 0,23 kg/h. Una boquilla de descarga de 25,4 cm de ancha se ajustó a 1 mm y se hizo funcionar a 193°C.

La capa de núcleo mezclada se alimentó a la capa central de una boquilla de película multi-colectora de tres capas obtenida de Cloeren Inc. (Orange, Texas). El adhesivo para la piel mezclado se alimentó a través de un extrusor de un solo tornillo BONNOT de 50 mm y se alimentó a las capas exteriores de la boquilla de tres capas. Este extrusor se hizo funcionar a 120°C.

Al salir de la boquilla, las capas coextruidas se depositaron sobre un rodillo laminador revestido de silicona de desprendimiento. El rodillo se enfrió con agua que tiene una temperatura de 20°C. El extrudado frío se transfirió desde el rodillo laminador hasta un forro desprendible de polietileno revestido de silicona en dos lados de 0,117 mm de grosor que se transportaba a la misma velocidad que el rodillo de deposición hasta el extremo de la línea de transporte de banda. El primer adhesivo para la piel estaba en contacto con el forro después de la transferencia mientras que el segundo adhesivo para la piel estaba expuesto al aire. El forro tenía propiedades de desprendimiento diferencial que permite que la cinta se desenrolle después de enrollar sin desbaratar el forro.

Los forros desprendibles son bien conocidos en la técnica, y se puede usar cualquier forro desprendible conocido. Típicamente, el forro desprendible comprende un sustrato de papel o película revestido con un material de revestimiento. Los forros desprendibles comercialmente disponibles incluyen, pero no están limitados a, papeles revestidos de silicona, y películas revestidas de silicona, tales como películas de poliéster. Los forros desprendibles apropiados se describen también en las patentes de EE.UU. Nos. 6.835.422; 6.805.933; 6.780.484; y 6.204.350 asignadas a 3M Innovative Properties Company.

El núcleo de espuma y ambos adhesivos para la piel se reticularon sobre la banda usando curado de haz de electrones mientras están sobre el forro. Se emplearon dos etapas de irradiación secuencial que actúan sobre las caras opuestas de la cinta. El primer adhesivo para la piel se irradió a través del forro de polietileno, mientras que el segundo adhesivo para la piel se irradió en un estado de cara expuesta. La unidad de haz de electrones era una unidad E-Beam ELECTROCURTAIN CB-300 (Energy Sciences Inc. (ESI), Wilmington, Mass) con un voltaje de aceleración de 300 keV y una dosis de 6 mrad.

Procedimiento de ensayo de fuerza de pelado. Las caras planas de 30 mm por 30 mm de dos bloques T hechos de aluminio de 6,4 mm (1/4 de pulgada) de grosor se imprimaron con imprimación N200J de 3M Company. Se colocó una muestra de 25 mm por 25 mm entre las caras imprimadas, uniendo los dos bloques T conjuntamente. Los bloques T se montaron en un medidor de tracción INSTRON y se separaron a una velocidad de 1,3 mm por minuto (0,05 pulgadas por minutos). La fuerza máxima de separación se da como "fuerza de pelado" en unidades de fuerza en kilogramos.

Procedimiento de ensayo de escisión en ángulo. Un trozo de aluminio de forma de L de 30 mm por 30 mm por 30 mm se imprimó en una cara de 30 mm por 30 mm con imprimación N200J de 3M Company. La superficie imprimada se unió a una superficie de una muestra de 25 mm por 25 mm. La superficie opuesta de la muestra se unió a un panel de aluminio anodizado que se había imprimado también con la imprimación N200J. La pata del trozo de aluminio en forma de L, que era perpendicular a la cara imprimada, se arrancó con un medidor de tracción INSTRON a una velocidad de 2,5 mm por minuto (0,1 pulgada por minuto). La fuerza máxima se da en la Tabla 4 en unidades de kilogramos de fuerza.

Se prepararon cintas de espuma según el procedimiento de preparación de cinta de núcleo de espuma. Las composiciones de los núcleos de espuma se resumen en la Tabla 3. La fuerza de pelado, tal como se mide con el procedimiento de ensayo de fuerza de pelado se da también en la Tabla 3.

Tabla 3: Comparación del ensayo de pelado de sílices de alta y baja superficie específica

Muestra	Núcleo de espuma					Fuerza de pelado
	Sílice			AP-5	AP-2	
	I.D.	Superficie específica	% en peso	% en peso	% en peso	Kg (fuerza)
EX-3	HS-5	325 m ² /gramo	0,7	89,3	10	21,5
CE-4	M-5	200 m ² /gramo	0,7	89,3	10	13,3
CE-5	M-5	200 m ² /gramo	3,5	86,5	10	21,6

Las cintas de espuma se prepararon según el procedimiento de preparación de cinta de núcleo de espuma. Las composiciones de los núcleos de espuma se resumen en la Tabla 4. La escisión en ángulo, tal como se mide con el procedimiento de ensayo de escisión en ángulo se da también en la Tabla 4.

Tabla 4: Efecto de la concentración de sílice sobre la escisión en ángulo

Muestra	Núcleo de espuma			Densidad	Escisión en ángulo
	% en peso				
	Sílice HS-5	AP-1	AP-2	g/cm ³ (*)	Kg (fuerza)
EX-4	0,3	90,1	9,6	0,61	11,0
EX-5	0,5	89,9	9,6	0,61	20,3
EX-6	0,7	89,7	9,6	0,61	17,9

5 * libras por pie cúbico

El procedimiento de ensayo de escisión en ángulo se usó también para evaluar cintas de espuma que tienen una composición alternativa del núcleo, tanto con adición como sin adición de pequeñas cantidades de una sílice de alta superficie específica. Las muestras de cinta se prepararon según el procedimiento de preparación de cinta de núcleo de espuma excepto que la cinta se curó con haz de electrones desde el lado forrado a 225 keV y 10 mrad y desde el lado no forrado (es decir, el lado de la cara expuesta) a 250 keV y 15 mrad. Las composiciones de núcleo de cinta y la fuerza de escisión en ángulo se dan en la Tabla 5.

Tabla 5: Efecto de la concentración de sílice sobre la escisión en ángulo

Muestra	Núcleo de espuma			ems (a)	Escisión en ángulo
	% en peso				
	Sílice HS-5	AP-3	AP-2	pbw (b)	Kg (fuerza)
EX-7	0,7	94,3	5,0	3,4	17,5
CE-6	0	95,0	5,0	3,4	9,34

(a) ems = microesferas expandibles (DUALITE U010-185)

(b) pbw = partes en peso basadas en el peso total de la sílice, AP-2 y AP-3.

15 Una espuma ejemplar según algunas realizaciones de la presente descripción se muestra en la FIG. 1. La espuma 10 comprende microesferas 30 poliméricas expandibles por lo menos parcialmente expandidas, y sílice 40 dispersa en el polímero 20.

20 Como se ilustra en la FIG. 2, en algunas realizaciones de la presente descripción, se puede preparar una cinta de espuma que comprende tal espuma. La cinta 100 de espuma incluye espuma 10 y primera capa 50 adhesiva unida a la primera superficie 11 de espuma 10. En algunas realizaciones, la cinta 100 de espuma incluye adicionalmente la segunda capa 60 adhesiva unida a la segunda superficie 12 de espuma 10. En algunas realizaciones, una o ambas capas adhesivas pueden estar directamente unidas a la espuma. En algunas realizaciones, por lo menos una de las capas adhesivas puede estar indirectamente unida a la espuma. Esto es, una o más capas intermedias, por ejemplo, capas de imprimación, pueden estar presentes entre una capa adhesiva y el núcleo de espuma.

25

REIVINDICACIONES

1. Una espuma que comprende un polímero, una pluralidad de microesferas poliméricas expandibles por lo menos parcialmente expandidas, y de 0,3 a 1,5% en peso de una sílice que tiene una superficie específica de por lo menos 300 metros cuadrados por gramo tal como se mide según la ASTM D1993-03(2008).
- 5 2. La espuma de la reivindicación 1, en la que la espuma comprende por lo menos 0,5% en peso de la sílice.
3. La espuma según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que la espuma comprende no más de 1% en peso de la sílice.
4. La espuma según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que el polímero comprende un polímero acrílico.
- 10 5. La espuma según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que el polímero comprende una mezcla de un polímero acrílico de bajo peso molecular y un polímero acrílico de alto peso molecular.
6. Una cinta de espuma que comprende la espuma según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes y un primer adhesivo unido a una primera superficie de la espuma.
- 15 7. La cinta de espuma de la reivindicación 6, que comprende adicionalmente un segundo adhesivo unido a una segunda superficie adhesiva de la espuma opuesta al primer adhesivo.
8. La cinta de espuma según la reivindicación 6 o 7, en la que por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende un adhesivo sensible a la presión.
9. La cinta de espuma según una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en la que por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende un adhesivo térmicamente activado.
- 20 10. La cinta de espuma según una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 9, en la que por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende un polímero acrílico.
11. La cinta de espuma según una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 10, en la que por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende un copolímero de bloques.
- 25 12. La cinta de espuma según una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 11, en la que por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende un polímero de silicona.
13. La cinta de espuma según una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 12, en la que por lo menos uno del primer adhesivo y del segundo adhesivo comprende una mezcla de por lo menos dos polímeros seleccionados del grupo que consiste en un polímero acrílico, un copolímero de bloques, y un polímero de silicona.

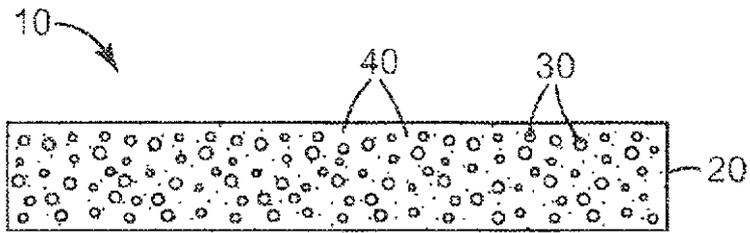


Fig. 1

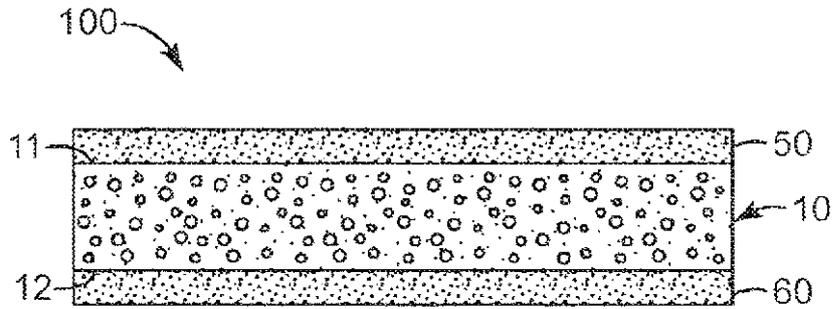


Fig. 2