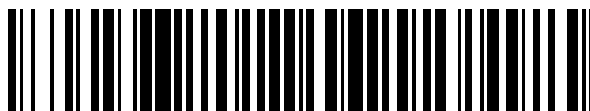


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 553 436**

51 Int. Cl.:

C08J 9/32 (2006.01)

C09J 5/08 (2006.01)

B29C 44/50 (2006.01)

B29C 70/66 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.07.1999 E 12156739 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.08.2015 EP 2500375**

54 Título: **Artículos que incluyen una espuma de polímero y método para preparar la misma**

30 Prioridad:

31.07.1998 US 127774

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

09.12.2015

73 Titular/es:

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

**3M Center, P.O. Box 33427
St. Paul, MN 55133-3427, US**

72 Inventor/es:

**GEHLEN, MARK D., y
MOMCHILOVICH, BRADLEY S.**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 553 436 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

Artículos que incluyen una espuma de polímero y método para preparar la misma

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a la preparación de artículos que incluyen una espuma de polímero.

10 Antecedentes de la invención

Los artículos que incorporan un núcleo de espuma de polímero son conocidos. La espuma incluye una matriz de polímero y se caracteriza por una densidad que es inferior a la densidad de la propia matriz de polímero. La reducción de la densidad se consigue de varias maneras, incluyendo mediante la creación de huecos rellenos de aire en la matriz (por ejemplo, mediante un agente de soplado) o la inclusión de microesferas poliméricas (por ejemplo, microesferas expansibles) o microesferas no poliméricas (por ejemplo, microesferas de vidrio). DE-19531631 A1 describe un método para producir una espuma de polímero termoplástica que tiene una estructura de espuma sintáctica. EP-0692516 A1 describe una espuma sintáctica termoplástica que tiene dimensiones precisas.

20 Sumario de la invención

En un primer aspecto, la invención presenta un artículo que incluye una espuma de polímero que tiene una superficie prácticamente lisa. La espuma se puede proporcionar en diferentes formas, incluidas una varilla, un cilindro, una lámina, etc. En algunas realizaciones, por ejemplo, cuando la espuma se proporciona en forma de una lámina, la espuma tiene un par de superficies principales, una o ambas de las cuales son prácticamente lisas. La espuma incluye una pluralidad de microesferas poliméricas expansibles. La espuma de polímero de la presente solicitud se describe en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6. Además, se define en la reivindicación 7 un método para preparar la espuma.

En la presente memoria “espuma de polímero” se refiere a un artículo que incluye una matriz de polímero en la que la densidad del artículo es inferior a la densidad de la matriz de polímero sola.

Una superficie “prácticamente lisa” se refiere a una superficie que tiene un valor de Ra inferior a aproximadamente 75 micrómetros, medida mediante perfilometría por triangulación con láser según el procedimiento descrito en los Ejemplos, más adelante. Preferiblemente, la superficie tiene un valor de Ra inferior a aproximadamente 50 micrómetros, más preferiblemente inferior a aproximadamente 25 micrómetros. La superficie también se caracteriza por la práctica ausencia de defectos macroscópicos visualmente observables tales como arrugas, corrugaciones y pliegues. Además, en el caso de una superficie adhesiva, la superficie es lo suficientemente lisa para que muestre un contacto adecuado y, por tanto, la adhesión a un sustrato de interés. El nivel de adhesión umbral deseado dependerá de la aplicación particular para la que se utilice el artículo.

Una “microesfera polimérica expansible” es una microesfera que incluye una envoltura de polímero y un material de núcleo en forma de un gas, líquido o combinación de los mismos, que se expande tras calentamiento. La expansión del material de núcleo, a su vez, hace que se expanda la envoltura, al menos a la temperatura de calentamiento. Una microesfera expansible es aquella cuya envoltura se puede expandir inicialmente o expandirse adicionalmente sin rotura. Algunas microesferas pueden tener envolturas de polímeros que solamente permiten que el material de núcleo se expanda en, o cerca de, la temperatura de calentamiento.

El artículo puede ser un artículo adhesivo o un artículo no adhesivo. Un “artículo adhesivo” es un artículo que tiene una superficie disponible para unión que bien es pegajosa a temperatura ambiente (es decir, artículos adhesivos sensibles a la presión) o se vuelve pegajosa al calentarse (es decir, artículos adhesivos activados por calor). Un ejemplo de un artículo adhesivo es una espuma que por sí misma es adhesiva, o una artículo que incluye una o más composiciones adhesivas diferentes unidas a la espuma, por ejemplo, en forma de una capa continua o estructuras discretas (por ejemplo, tiras, varillas, filamentos, etc.), en cuyo caso la propia espuma no tiene porqué ser adhesiva. Los ejemplos de artículos no adhesivos incluyen espumas no adhesivas y espumas adhesivas proporcionadas con una composición no adhesiva, por ejemplo, en forma de una capa, sustrato, etc., en todas las superficies disponibles para unión.

La espuma preferiblemente está prácticamente exenta de reticulaciones de uretano y reticulaciones de urea, eliminando de esta forma la necesidad de isocianatos en la composición. Un ejemplo de un material preferido para la espuma de polímero es un polímero o copolímero acrílico, en algunos casos, por ejemplo, cuando se necesita una elevada resistencia cohesiva y/o un módulo elevado, la espuma puede estar reticulada.

La espuma de polímero incluye una pluralidad de microesferas poliméricas expansibles. La espuma también puede incluir una o más microesferas no expansibles, que pueden ser microesferas poliméricas o no poliméricas (por ejemplo, microesferas de vidrio).

Los ejemplos de microesferas poliméricas expansibles preferidas incluyen aquellas en las que la envoltura está prácticamente exenta de unidades de cloruro de vinilideno. Los materiales de núcleo adecuados son materiales diferentes al aire que se expande tras calentamiento.

5 La espuma puede incluir agentes además de microesferas, cuya elección viene determinada por las propiedades necesarias para la aplicación prevista del artículo. Los ejemplos de los agentes adecuados incluyen los seleccionados del grupo que consiste de agentes de pegajosidad, plastificantes, pigmentos, tintes, cargas sólidas, y combinaciones de los mismos. La espuma también puede incluir huecos rellenos de aire en la matriz de polímero. Dichos huecos se forman típicamente mediante la inclusión de un agente de soplado en el material de la matriz de polímero, y a continuación, activar el agente de soplado por ejemplo, exponiendo el material de la matriz de polímero al calor o a la radiación.

10 Las propiedades del artículo se pueden ajustar mediante enlace y/o coextrusión de una o más composiciones de polímero (por ejemplo, en la forma de capas continuas o estructuras discretas tales como tiras, varillas, filamentos, etc.) en o dentro de la espuma. Se pueden usar composiciones tanto espumadas como no espumadas. Una composición se puede unir directamente a la espuma o bien indirectamente; por ejemplo, a través de un adhesivo independiente.

15 El artículo se puede utilizar como un artículo "espumado en su sitio". La expresión 'espumada en su sitio' se refiere a la capacidad del artículo para expandirse o expandirse adicionalmente una vez que el artículo se ha colocado en una ubicación deseada. Dichos artículos se dimensionan y se colocan en un área rebajada o una superficie abierta, y después se exponen a la energía térmica (por ejemplo, de infrarrojos, ultrasonidos, microondas, resistiva, inducción, convección, etc.) para activar o activar adicionalmente, las microesferas expansibles o el agente de soplado. Dichas áreas rebajadas pueden incluir una separación entre dos o más superficies (por ejemplo, superficies paralelas o no paralelas) tal como la que se encuentra, por ejemplo, entre dos o más sustratos opuestos y separados, un orificio pasante o una cavidad. Dichas superficies abiertas pueden incluir una superficie plana o irregular sobre la que es deseable que el artículo se expanda tras aplicarse a la superficie. Tras la activación, la espuma se expande debido a la expansión de las microesferas y/o agente de soplado, rellenando tanto parcial como completamente el rebaje o separación, o aumentando de esta forma el volumen (por ejemplo, la altura) del artículo por encima de la superficie abierta.

20 Puede ser deseable que la espuma comprenda un material de matriz polimérica prácticamente no reticulado o termoplástico. También puede ser deseable que la matriz de polímero de la espuma tenga cierto grado de reticulación. La posible reticulación no debería inhibir ni evitar significativamente la expansión hasta el grado deseado. Una ventaja potencial de dicha reticulación es que la espuma probablemente mostrará propiedades mecánicas mejoradas (por ejemplo, aumento en la resistencia cohesiva) comparada con la misma espuma con menos reticulación, o ninguna reticulación. En el caso de las espumas que tienen una matriz de polímero endurecible, la exposición al calor también puede iniciar el endurecimiento de la matriz.

25 También puede ser deseable que el artículo espumado en su sitio comprenda múltiples capas, estructuras discretas o una combinación de las mismas (véanse, por ejemplo, las Figs. 4-6 y su descripción a continuación), teniendo cada capa y estructura discreta una diferencia en la forma en que se espuma en su sitio (por ejemplo, usando microesferas expansibles, agentes de soplado, o una combinación de los mismos), una diferencia en el grado en el que se puede expandir en su sitio, o una combinación de los mismos. Por ejemplo, la combinación de microesferas expansibles y/o agentes de soplado puede ser diferente, el tipo de microesferas expansibles y/o de agentes de soplado puede ser diferente, y/o se puede utilizar una combinación de los mismos. Además, por ejemplo, una o más de las capas y las estructuras discretas se pueden expandir en su sitio mientras que una o más de otras capas y estructuras discretas pueden ser no expansibles en su sitio.

30 La espuma tiene preferiblemente una superficie prácticamente lisa (como se ha definido anteriormente). En algunas realizaciones, la espuma tiene un par de superficies principales, una o ambas de las cuales puede ser prácticamente lisa. La propia espuma puede ser adhesiva. El artículo puede incluir también una o más composiciones adhesivas separadas unidas a la espuma, por ejemplo, en forma de una capa. Si se desea, la espuma puede estar reticulada.

35 La espuma de polímero incluye una pluralidad de microesferas poliméricas expansibles. También puede incluir microesferas no expansibles, que pueden ser microesferas poliméricas o no poliméricas (por ejemplo, microesferas de vidrio). Las propiedades del artículo se pueden ajustar por unión directa o indirecta de una o más composiciones de polímero espumadas o no espumadas a la espuma.

40 La invención también presenta artículos multicapa que incluyen los artículos espumados anteriormente descritos provistos sobre una superficie principal de un primer sustrato, o intercalado entre un par de sustratos. Los ejemplos de sustratos adecuados incluyen sustratos amaderados, sustratos de polímero sintético, y sustratos metálicos (por ejemplo, hojas metálicas).

45 En un segundo aspecto, la invención presenta un método para preparar un artículo que incluye: (a) mezclar en fundido una composición de polímero y una pluralidad de microesferas poliméricas expansibles (como se ha definido anteriormente), en las condiciones de proceso, incluidas temperatura, presión y velocidad de cizallamiento, seleccionado para formar una composición expansible extrudible; (b) extruyendo la composición a través de una

boquilla para formar una espuma de polímero (como se ha definido anteriormente); y (c) expandiendo al menos parcialmente la mayoría de las microesferas poliméricas expansibles antes de que la composición de polímero salga de la boquilla. Puede ser preferible que todas las microesferas expansibles estén al menos parcialmente expandidas antes de que la composición de polímero salga de la boquilla. Al ocasionar la expansión de las microesferas poliméricas expansibles antes de que la composición salga de la boquilla, la espuma extrudida resultante se puede producir con estrecha tolerancia, como se describe a continuación en la Descripción detallada.

Es deseable que la composición de polímero esté prácticamente exenta de disolventes. Esto es, se prefiere que la composición de polímero contenga menos de 20% en peso de disolvente, más preferiblemente, contiene prácticamente nada de disolvente, o no más de aproximadamente 10% en peso de disolvente, incluso más preferiblemente, no contiene más de aproximadamente 5% en peso de disolvente.

Los polímeros usados según la presente invención pueden tener preferiblemente un peso molecular promedio en peso de al menos 10.000 g/mol, y más preferiblemente de al menos aproximadamente 50.000 g/mol. También puede ser preferible que los polímeros usados según la presente invención muestren viscosidades de cizallamiento medidas a una temperatura de 175 °C y una velocidad de cizallamiento de 100 s⁻¹, o de al menos aproximadamente 30 Pascales-segundo (Pa.s), más preferiblemente al menos aproximadamente 100 Pa.s e incluso más preferiblemente al menos aproximadamente 200 Pa.s.

El artículo puede ser un artículo adhesivo (como se ha definido anteriormente) por ejemplo, un artículo adhesivo sensible a la presión o un artículo adhesivo activable por calor. En algunas realizaciones, la propia espuma es adhesiva.

Tanto la composición extrudible expansible como la espuma extrudida incluyen preferiblemente una pluralidad de microesferas poliméricas expansibles (como se ha definido anteriormente). La espuma extrudida y la composición extrudible expansible también pueden incluir una o más microesferas no expansibles, que pueden ser microesferas poliméricas o no poliméricas (por ejemplo, microesferas de vidrio).

La composición extrudible expansible se puede extrudir simultáneamente con una o más composiciones de polímero extrudible adicionales, por ejemplo, para formar una capa de polímero sobre una superficie de la espuma resultante. Por ejemplo, la composición de polímero extrudible adicional puede ser una composición adhesiva. Otras composiciones de polímero extrudible adicional adecuadas incluyen composiciones adicionales que contienen microesferas.

El método también puede incluir reticular la espuma. Por ejemplo, la espuma se puede exponer a radiación térmica, actínica o ionizante, o combinaciones de las mismas posteriormente a la reticulación de la espuma. La reticulación también se puede llevar a cabo con métodos de reticulación química basados en interacciones iónicas.

La invención proporciona artículos que contienen espuma, y un proceso para preparar dichos artículos, en donde los artículos se pueden diseñar para que muestren una amplia gama de propiedades dependiendo de la aplicación final buscada para el artículo. Por ejemplo, el núcleo de espuma se puede producir solo o junto con una o más composiciones de polímero, por ejemplo, en forma de capas para formar artículos multicapa. La capacidad de combinar la espuma con composiciones de polímero adicionales ofrece una flexibilidad de diseño significativa, ya que se puede utilizar una variedad de diferentes composiciones de polímero, incluidas composiciones adhesivas, composiciones de espuma adicionales, composiciones desmontables, capas que tienen diferentes propiedades mecánicas, etc. Además, mediante el control cuidadoso de la operación de espumación, es posible producir espuma que tiene un diseño de regiones que tienen diferentes densidades.

Se pueden producir espumas tanto finas como gruesas. Además, se pueden producir espumas tanto adhesivas como no adhesivas. En el último caso, la espuma se puede combinar con una o más composiciones adhesivas diferentes para formar un artículo adhesivo. Además, es posible preparar espumas a partir de numerosas matrices de polímero diferentes, incluidas matrices de polímero que sean incompatibles con los procesos de preparación de espumas que se basan en la polimerización inducida por radiación actínica de las composiciones fotopolimerizables que contienen microesferas. Los ejemplos de dichas composiciones de matriz de polímero incluyen elastómeros termoplásticos insaturados y elastómeros termoplásticos saturados insolubles en acrilato. Análogamente, es posible incluir aditivos tales como pigmentos absorbentes de radiación ultravioleta (por ejemplo, pigmento[s] negros), tintes y agentes de pegajosidad que no podrían usarse eficazmente en procesos de espumado basados en radiación actínica. También es posible, a diferencia de los procesos de espumado basados en disolventes y basados en radiación actínica, preparar espumas que tienen una distribución de microesferas prácticamente homogénea. Además, la presente espuma expandida (es decir, una espuma que contiene microesferas que se han expandido al menos parcialmente) puede tener una distribución uniforme de tamaños de las microesferas expandidas desde la superficie hasta el centro de la espuma. Esto es, no existe un gradiente de tamaños de las microesferas expandidas desde la superficie hasta el centro de la espuma, por ejemplo, como la que aparece en espumas expandidas realizadas en una prensa o molde. Las espumas expandidas que muestran un gradiente de distribución de tamaños de ese tipo en sus microesferas expandidas pueden mostrar propiedades mecánicas inferiores a aquellas espumas que tienen una distribución uniforme de tamaño de las microesferas expandidas. La espumación en horno de estas composiciones requiere tiempos de residencia más largos en el horno de alta temperatura debido a la baja conductividad térmica de las espumas. Los tiempos de residencia prolongados a altas temperaturas pueden

conducir a la degradación del polímero y del portador (por ejemplo, recubrimiento desprendible). Además, la baja transferencia de calor también puede conducir a espumas que no tienen una expansión uniforme, ocasionando un gradiente de densidad. Dicho gradiente de densidad puede disminuir significativamente la resistencia y, por tanto, afectar negativamente las propiedades de la espuma. El proceso asociado con la espumación en horno es también complicado, y suele requerir equipo de proceso único para eliminar la corrugación a gran escala y el pandeo de la hoja plana. Para una referencia sobre la espumación en horno, véase, por ejemplo, *Handbook of Polymeric Foams & Foam Technology*, eds: D. Klemmner & K.C. Frisch, Hanser Publishers, New York, NY, 1991.

Las espumas con una superficie prácticamente lisa se pueden producir en una sola etapa. De acuerdo con ello, no es necesario unir capas adicionales a la capa de espuma para conseguir un artículo de superficie lisa. Las espumas de superficie prácticamente lisa son deseables por numerosas razones. Por ejemplo, cuando la espuma se estratifica a otro sustrato, la superficie prácticamente lisa minimiza el atrapamiento de aire entre la espuma y el sustrato. Además, en el caso de las espumas adhesivas, la superficie prácticamente lisa maximiza el contacto con el sustrato al que se aplica la espuma, lo que lleva a una buena adhesión.

El proceso de extrusión permite la preparación de artículos multicapa, o de artículos con estructuras discretas, en una sola etapa. Además, cuando la espumación se produce durante la extrusión, es posible, si se desea, eliminar los procesos de espumación diferentes posteriores a la espumación. Adicionalmente, con la manipulación del diseño de la boquilla de extrusión (es decir, la forma de la abertura), es posible producir espumas que tengan una variedad de formas.

Además, el presente método puede incluir el calentamiento del artículo después de la extrusión para producir expansión adicional. La expansión adicional puede deberse a la expansión de microesferas, la activación de un agente de soplado, o una combinación de los mismos.

También es posible preparar artículos de “espumación en su sitio” mediante el control de la temperatura de procesamiento durante la preparación inicial de la espuma, de forma que dicha expansión de las microesferas quede minimizada o suprimida. A continuación, el artículo se puede colocar en su ubicación de uso o aplicación (por ejemplo, en un área rebajada o una superficie abierta) y calentarse, o exponerse a una temperatura elevada, para producir la expansión de las microesferas. Los artículos “espumados en su sitio” también se pueden preparar por inclusión de un agente de soplado en la composición extrudible expansible y llevar a cabo el proceso de extrusión en condiciones insuficientes para activar el agente de soplado. Después de la preparación de la espuma, el agente de soplado se puede activar para producir una espumación adicional.

Otras características y ventajas de la invención resultarán evidentes a partir de la siguiente descripción de las realizaciones preferidas, así como de las reivindicaciones.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1(a) es una representación gráfica que muestra el valor de Ra obtenido mediante perfilometría de triangulación por láser para la muestra descrita en el Ejemplo 12.

La Fig. 1(b) es una fotomicrografía obtenida por microscopía electrónica de barrido (SEM) de la superficie de la muestra descrita en el Ejemplo 12.

La Fig. 2(a) es una representación gráfica que muestra el valor de Ra obtenido mediante perfilometría de triangulación por láser para la muestra descrita en el Ejemplo 58.

La Fig. 2(b) es una fotomicrografía SEM de la superficie de la muestra descrita en el Ejemplo 58.

La Fig. 3 es un dibujo en perspectiva que muestra una espuma que tiene una superficie con diseño.

La Fig. 4 es un dibujo en perspectiva de un artículo que presenta una espuma combinada con una composición de polímero adicional.

La Fig. 5 es un dibujo en perspectiva de un artículo que presenta una espuma combinada con dos composiciones de polímero adicionales.

La Fig. 6 es un dibujo en perspectiva de un artículo que presenta una espuma combinada con múltiples composiciones de polímero adicionales.

La Fig. 7 es un dibujo esquemático de un proceso de extrusión para preparar artículos según la invención.

La Fig. 8 es una representación gráfica que muestra la fuerza de despegado aplicada en una dirección (MD) paralela a la dirección del filamento en función del desplazamiento, para los Ejemplos 73, 77 y 78.

La Fig. 9 es una representación gráfica que muestra la fuerza de despegado aplicada en una dirección (CD) perpendicular a la dirección del filamento en función del desplazamiento, para los Ejemplos 73, 77 y 78.

5 La Fig. 10 es una representación gráfica que muestra la fuerza de despegado aplicada en una dirección (MD) paralela a la dirección del filamento en función del desplazamiento, para los Ejemplos 72, 79, 80 y 81.

La Fig. 11 es una representación gráfica que muestra la fuerza de despegado aplicada en una dirección (CD) perpendicular a la dirección del filamento en función del desplazamiento, para los Ejemplos 72, 79, 80 y 81.

10 Las Figs. 12a-12b son fotomicrografías SEM de las secciones transversales, observadas en la dirección de la máquina (MD) y en la dirección transversal de la banda (CD), respectivamente, de la espuma sin orientar descrita en el Ejemplo 86.

15 Las Figs. 12c-12d son fotomicrografías SEM de las secciones transversales, observadas en la dirección de la máquina (MD) y en la dirección transversal de la banda (CD), respectivamente, de la espuma orientada axialmente descrita en el Ejemplo 86.

20 Las Figs. 13a y 13b son fotomicrografías SEM de las secciones transversales, observadas en la dirección de la máquina (MD) y en la dirección transversal de la banda (CD), respectivamente, de la espuma de mezcla de polímero descrita en el Ejemplo 23.

Descripción Detallada

Artículo

25 La invención presenta artículos que incluyen una espuma de polímero que presenta una matriz de polímero y una pluralidad de microesferas de polímero expansible. El examen de la espuma mediante microscopía electrónica revela que la microestructura de la espuma se caracteriza por una pluralidad de microesferas poliméricas agrandadas (con respecto a su tamaño original) distribuidas por la totalidad de la matriz de polímero. Al menos una de las microesferas (y preferiblemente más) sigue siendo expansible, es decir, tras la aplicación de calor, se expandirá adicionalmente sin romperse. Esto se puede demostrar exponiendo la espuma a un tratamiento térmico y comparando el tamaño de las microesferas obtenido mediante microscopía electrónica con su tamaño anterior al tratamiento térmico (también obtenido mediante microscopía electrónica).

35 La espuma se caracteriza además por una superficie que es prácticamente lisa, como se ha definido anteriormente en el Sumario de la invención. Se muestran en las Figs. 1 y 2 los resultados de la perfilometría de triangulación con láser y las fotomicrografías de barrido electrónico de espumas acrílicas representativas que tienen superficies prácticamente lisas preparadas como se ha descrito en los Ejemplos 12 y 58, respectivamente, que se describen más detalladamente a continuación. Cada una de las fotomicrografías de las Figs. 1(b) y 2(b) incluye una barra B de 100 micrómetros para medidas de longitud. Cada una de las muestras de las Figs. 1 (b) y 40 2(b) se ha cortado, estando iluminada la parte superficial y estando oscurecida la parte seccionada.

45 La espuma se puede proporcionar en una variedad de formas, incluidas las de lámina, varilla o cilindro. Además, la superficie de la espuma puede tener un diseño. Un ejemplo de dicha espuma se muestra en la Fig. 3. La espuma 100 tiene la forma de una lámina que tiene un diseño uniforme de protuberancias 102 dispuestas sobre la superficie de la espuma. Dichos artículos se preparan mediante espumación diferencial, como se describe más detalladamente a continuación. El proceso de espumación diferencial crea protuberancias 102 que tienen una densidad diferente de la densidad de las zonas circundantes 104.

50 Se puede utilizar en la matriz de polímero una variedad de diferentes resinas de polímero, así como mezclas de las mismas, siempre que las resinas sean adecuadas para un procesamiento de extrusión en fundido. Por ejemplo, puede ser deseable combinar dos o más polímeros de acrilato que tengan composiciones diferentes. Se puede obtener una amplia gama de propiedades físicas de la espuma mediante la manipulación del tipo y concentración de los componentes de la mezcla. La resina particular se selecciona en función de las propiedades deseadas del artículo final que contiene espuma. La morfología de la mezcla de polímero inmiscible que comprende la matriz de espuma puede 55 potenciar el rendimiento del artículo de espuma resultante. La morfología de la mezcla puede ser, por ejemplo, esférica, elipsoidal, fibrilar, co-continua o una combinación de las mismas. Estas morfologías pueden conducir a un conjunto de propiedades único que no se puede obtener mediante un sistema de espuma de un solo componente. Dichas propiedades únicas pueden incluir, por ejemplo, propiedades mecánicas anisótropas, una resistencia cohesiva mejorada. La morfología (forma y tamaño) de la mezcla de polímero inmiscible se puede controlar mediante 60 consideraciones de energía libre del sistema del polímero, viscosidades relativas de los componentes y, muy especialmente, las características del procesamiento y del recubrimiento. Si se controlan correctamente estas variables, la morfología de la espuma se puede manipular para proporcionar mejores propiedades del artículo previsto.

65 Las Figs. 13a y 13b muestran fotomicrografías SEM de la microestructura de la mezcla de polímero inmiscible del Ejemplo 23 (es decir, 80% en peso de la Composición 1 de masa fundida y 20% en peso de Kraton™ D1107). El Kraton™ D1107 se tiñó con OsO₄ de forma que aparece de color blanco, lo que permite visualizar esta fase.

Estas Figuras demuestran que la fase Kraton™ D1107 tiene una morfología compleja que consiste en microestructuras fibrilares, con tamaños de aproximadamente 1 µm. En la Fig. 13a, las fases fibrilares del Kraton™ D1107 se muestran en sección transversal y aparecen esféricas.

5 Un tipo de polímeros útiles incluye polímeros y copolímeros adhesivos de acrilato y metacrilato. Dichos polímeros se pueden formar mediante polimerización de uno o más ésteres monoméricos acrílicos o metacrílicos de alcoholes alquílicos no terciarios, teniendo los grupos alquilo de 1 a 20 átomos de carbono (por ejemplo, de 3 a 18 átomos de carbono). Los monómeros de acrilato adecuados incluyen acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de n-butilo, acrilato de laurilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de ciclohexilo, acrilato de iso-octilo, acrilato de octadecilo, acrilato de nonilo, acrilato de decilo, y acrilato de docecilo. También son útiles los correspondientes metacrilatos. También son útiles los acrilatos y metacrilatos aromáticos, por ejemplo, acrilato de bencilo y acrilato de ciclobencilo.

10 Opcionalmente, uno o más comonómeros etilénicamente insaturados se puede polimerizar con los monómeros de acrilato o metacrilato; la cantidad concreta de comonómero se selecciona en función de las propiedades deseadas del polímero. Un grupo de comonómeros útil incluye los que tienen una temperatura de transición vítrea del homopolímero mayor que la temperatura de transición vítrea del homopolímero de acrilato. Los ejemplos de comonómeros adecuados comprendidos en este grupo incluyen ácido acrílico, acrilamida, metacrilamida, acrilamida sustituida tales como N,N-dimetil acrilamida, ácido itacónico, ácido metacrílico, acrilonitrilo, metacrilonitrilo, acetato de vinilo, N-vinil pirrolidona, acrilato de isobornilo, acrilato de cianoetilo, N-vinilcaprolactama, anhídrido maleico, hidroxialquilacrilatos, N,N-dimetil aminoetil (met)acrilato, N,N-dietilacrilamida, acrilato de beta-carboxietilo, ésteres vinílicos de los ácidos neodecanoico, neononanoico, neopentanoico, 2-etilhexanoico, o propiónico (por ejemplo, comercializados por Union Carbide Corp. de Danbury, CT con la designación “Vynates”, cloruro de vinilideno, estireno, viniltolueno, y éteres de alquivilinilo.

15 Un segundo grupo de comonómeros monoetilénicamente insaturados que se pueden polimerizar con los monómeros de acrilato o metacrilato incluye aquellos que tienen una temperatura de transición vítrea del homopolímero inferior a la temperatura de transición vítrea del homopolímero de acrilato. Los ejemplos de comonómeros adecuados comprendidos en esta clase incluyen acrilato de etiloxi etoxietilo (T_g = -71 °C) y un acrilato de metoxipolietilenglicol col 400 (T_g = -65 °C; comercializado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd. con la designación “NK Ester AM-90G”).

20 Una segunda clase de polímeros útil para la matriz de polímero de la espuma incluye polímeros insolubles en acrilato. Los ejemplos incluyen resinas de polímero semicristalino tales como poliolefinas y copolímeros de poliolefina (por ejemplo, basados en monómeros que tienen entre 2 y 8 átomos de carbono tales como polietileno de baja densidad, polietileno de alta densidad, polipropileno, copolímeros de etileno-propileno, etc.), poliésteres y copoliésteres, poliamidas y copoliamidas, homopolímeros y copolímeros fluorados, óxidos de polialquileño (por ejemplo, óxido de polietileno y óxido de polipropileno) alcohol polivinílico, ionómeros (por ejemplo, copolímero de etileno-ácido metacrílico neutralizado con base) y acetato de celulosa. Otros ejemplos de polímeros insolubles en acrilato incluyen polímeros amorfos que tienen un parámetro de solubilidad (medido según la técnica de Fedors) inferior a 8 o mayor de 11 tal como poliacrilonitrilo, cloruro de polivinilo, poliuretanos termoplásticos, epóxidos aromáticos, policarbonato, poliésteres amorfos, poliamidas amorfas, copolímeros ABS, aleaciones de óxido de polifenileno, ionómeros (por ejemplo, copolímeros de etileno-ácido metacrílico neutralizado con sal), elastómeros fluorados, y polidimetilsiloxano.

25 Una tercera clase de polímeros útil para la matriz de polímero de la espuma incluye elastómeros que contienen grupos activables mediante radiación ultravioleta. Los ejemplos incluyen polibutadieno, poliisopreno, policloropreno, y copolímeros en bloque de estireno y dienos (por ejemplo, SBR), y caucho de monómero de etileno-propileno-dieno.

30 Una cuarta clase de polímeros útil para la matriz de polímero de la espuma incluye los adhesivos sensibles a la presión y los adhesivos de fusión en caliente preparados a partir de monómeros no fotopolimerizables. Dichos polímeros pueden ser polímeros adhesivos (es decir, polímeros que son inherentemente adhesivos), o polímeros que no sean inherentemente adhesivos pero que puedan formar composiciones adhesivas cuando se mezclan con agentes de pegajosidad. Los ejemplos específicos incluyen poli-alfa-olefinas (por ejemplo, poliocteno, polihexeno, y polipropileno atáctico), adhesivo basado en copolímero de bloques (por ejemplo, di-bloque, tri-bloque, bloque en estrella y combinaciones de los mismos) cauchos naturales y sintéticos, adhesivos de silicona, etileno-acetato de vinilo, y mezclas de adhesivos estructurales que contienen epóxido (por ejemplo, mezclas de epoxi-acrilato y epoxi-poliéster).

35 Las microesferas expansibles muestran una envoltura flexible termoplástica polimérica y un núcleo que incluye un líquido y/o un gas que se expande al calentar. Preferiblemente, el material del núcleo es una sustancia orgánica que tiene un punto de ebullición inferior al de la temperatura de reblandecimiento de la envoltura polimérica. Los ejemplos de los materiales núcleo adecuados incluyen propano, butano, pentano, isobutano, neopentano, y combinaciones de los mismos.

40 La selección de la resina termoplástica para la envoltura polimérica afecta a las propiedades mecánicas de la espuma. De acuerdo con ello, las propiedades de la espuma se pueden ajustar mediante la selección adecuada de microesferas, o usando mezclas de diferentes tipos de microesferas. Por ejemplo, las resinas que contienen acrilonitrilo son útiles cuando se desea una resistencia a la tracción y una resistencia cohesiva elevadas, especialmente si el contenido en acrilonitrilo es al menos 50% en peso de la resina, más preferiblemente al menos 60% en peso, e incluso más preferiblemente al menos 70% en peso. En general, tanto la resistencia a la tracción como la cohesiva aumentan con el contenido en acrilonitrilo. En algunos casos, es posible preparar espumas que tengan mayor resistencia a la

tracción y cohesiva que la matriz de polímero sola, incluso aunque la espuma tenga una densidad inferior a la matriz. Esto proporciona la capacidad de preparar artículos de alta resistencia y baja densidad.

Los ejemplos de resinas termoplásticas adecuadas que se pueden utilizar como envoltura incluyen los ésteres de ácido acrílico y metacrilato tales como poliacrilato; copolímero de acrilato-acrilonitrilo; y copolímero de metacrilato-ácido metacrílico. También se pueden usar los polímeros que contienen cloruro de vinilideno tales como el copolímero de cloruro de vinilideno-metacrilato, cloruro de vinilideno-acrilonitrilo, copolímero de acrilonitrilo-cloruro de vinilideno-metacrilato de metilo, y copolímero de acrilonitrilo-cloruro de vinilideno-metacrilato de metilo, pero no se prefieren cuando se desea una elevada resistencia. En general, cuando se desea una elevada resistencia, la de la microesfera preferiblemente no tiene más de 20% en peso de cloruro de vinilideno, más preferiblemente no más de 15% en peso de cloruro de vinilideno. Incluso más preferidas para aplicaciones de alta resistencia son las microesferas que esencialmente no tienen unidades de cloruro de vinilideno.

Los ejemplos de microesferas poliméricas expansibles comerciales incluyen las comercializadas por Pierce Stevens (Buffalo, NY) con las designaciones "F30D," "F80SD," y "F100D." Son también adecuadas las microesferas poliméricas expansibles comercializado por Akzo-Nobel con las designaciones "Expancel 551," "Expancel 461," y "Expancel 091." Cada una de estas microesferas presenta una envoltura que contiene acrilonitrilo, además, las microesferas F80SD, F100D, y Expancel 091 no tienen esencialmente unidades de cloruro de vinilideno en la envoltura.

La cantidad de microesferas expansibles se selecciona en función de las propiedades deseadas del producto de espuma. En general, cuanto mayor sea la concentración de microesferas, menor será la densidad de la espuma. En general, la cantidad de microesferas está comprendida de aproximadamente 0,1 partes en peso a aproximadamente 50 partes en peso (basado en 100 partes de resina de polímero), más preferiblemente de aproximadamente 0,5 partes en peso a aproximadamente 20 partes en peso.

La espuma también puede incluir numerosos aditivos adicionales. Los ejemplos de aditivos adecuados incluyen agentes de pegajosidad, (por ejemplo, ésteres de rosina, terpenos, fenoles y resinas de hidrocarburos alifáticas, aromáticas, o mezclas de resinas de hidrocarburos sintéticas alifáticas y aromáticas), plastificantes, pigmentos, tintes, microesferas no expansibles de vidrio o poliméricas, agentes de refuerzo, sílice hidrófoba o hidrófila, carbonato de calcio, agentes rigidizantes, retardantes de la llama, antioxidantes, partículas poliméricas finamente molidas tales como poliéster, nilón o polipropileno, y combinaciones de los mismos. También se pueden añadir agentes de soplado químicos. Los agentes se añaden en cantidad suficiente para obtener las propiedades finales deseadas.

Las propiedades del artículo se pueden ajustar combinando una o más composiciones de polímero con la espuma. Estas composiciones adicionales pueden tomar diferentes formas, incluidas capas, tiras, etc. Se pueden usar composiciones tanto espumadas como no espumadas. Una composición se puede unir directamente a la espuma o bien indirectamente, por ejemplo, a través de un adhesivo independiente. En algunas realizaciones, la composición de polímero adicional se une a la espuma de forma extraíble, dichas composiciones se pueden rasgar en forma de tiras posteriormente a partir de la espuma.

Los ejemplos de artículos que presentan combinaciones de una espuma y una o más composiciones de polímero adicionales se muestran en las Figs. 4-6. En referencia a la Fig. 4, se muestra un artículo 200 que presenta una pluralidad de tiras 202 de espuma dispuestas en un modelo y combinadas con una capa 204 de polímero diferente. La densidad de las tiras 202 es diferente de la densidad de la capa 204 de polímero que rodea las tiras.

La Fig. 5 representa gráficamente otro artículo 300 en el que una pluralidad de tiras 302 de espuma están dispuestas en un modelo y se combinan dentro de una capa 304 de polímero separada. La capa 304, a su vez; está unida a otra capa 306 de polímero por su cara opuesta. La densidad de las tiras 302 es diferente de la densidad de la capa 304 que rodea las tiras.

La Fig. 6 representa gráficamente otro artículo 400 en el que una pluralidad de tiras 402 de espuma están incluidas en una estructura multicapa que presenta capas 404, 406, y 408. La densidad de las tiras 402 es diferente de la densidad de las capas 404, 406, y 408.

Preferiblemente, las composiciones de polímero adicionales están unidas al núcleo de la espuma mediante coextrusión de la composición extrudible que contiene microesferas con una o más composiciones de polímero extrudibles, como se describe más detalladamente a continuación. El número y tipo de composiciones de polímero se selecciona en función de las propiedades deseadas del artículo final que contiene la espuma. Por ejemplo, en el caso de núcleos de espuma no adhesiva, puede ser deseable combinar el núcleo con una o más composiciones de polímero adhesivas para formar un artículo adhesivo. Otros ejemplos de composiciones de polímero preparadas mediante coextrusión incluyen composiciones de polímero de modulo relativamente elevado para transmitir rigidez al artículo (polímeros semicristalinos tales como poliamidas y poliésteres), composiciones de polímero de modulo relativamente bajo para aumentar la flexibilidad del artículo (por ejemplo, cloruro de polivinilo plastificado), y composiciones de espuma adicionales.

Proceso de extrusión

En referencia a la Fig. 7, se muestra un proceso de extrusión para preparar un artículo que incluye una espuma de polímero que presenta una matriz de polímero y una pluralidad de microesferas de polímero expansible. Según el proceso, la resina de polímero se alimenta inicialmente a un primer extrusor 10 (típicamente un extrusor de un solo tornillo) que reblandece la resina y la tritura en partículas pequeñas adecuadas para extrusión. La resina de polímero formará en su caso la matriz de polímero de la espuma. La resina de polímero se puede añadir al extrusor 10 de cualquier forma conveniente incluidos, gránulos, lingotes, paquetes, tiras y cuerdas.

A continuación, las partículas de resina y resto de aditivos excepto las microesferas expansibles se alimentan a un extrusor 12 (por ejemplo, un extrusor de un solo tornillo o de doble tornillo) en un punto inmediatamente anterior a la sección de amasado del extrusor. Tras combinarse, las partículas de resina y los aditivos se alimentan a la zona de amasado del extrusor 12 donde se mezclan bien. Las condiciones de mezclado (por ejemplo, velocidad del tornillo, longitud del tornillo y la temperatura) se seleccionan para conseguir un mezclado óptimo. Preferiblemente, el mezclado se lleva a cabo a una temperatura insuficiente para ocasionar la expansión de la microesfera. Es también posible utilizar temperaturas superiores a la temperatura de expansión de la microesfera, en cuyo caso, la temperatura se disminuye tras el mezclado y antes de añadir las microesferas.

Cuando no se necesita mezclado, por ejemplo, cuando no hay aditivos, se puede omitir la etapa de amasado. Además, cuando la resina de polímero ya está en una forma adecuada para la extrusión, la primera etapa de extrusión se puede omitir y la resina se añade directamente al extrusor 12.

Una vez que las partículas de resina y los aditivos se han mezclado adecuadamente, las microesferas poliméricas expansibles se añaden a la mezcla resultante y se mezclan en fundido para formar una composición extrudible expansible. El fin de la etapa de mezclado en fundido es preparar una composición extrudible expansible en la que las microesferas poliméricas expansibles y otros aditivos, en la medida presente, se distribuyen de forma prácticamente homogénea en la totalidad de la resina de polímero fundida. Típicamente, la operación de mezclado en fundido utiliza un bloque amasador para obtener un mezclado adecuado, aunque también se pueden utilizar elementos transportadores simples. La temperatura, presión, velocidad de cizallamiento, y tiempo de mezclado utilizado durante el mezclado en fundido se seleccionan para preparar esta composición extrudible expansible sin ocasionar la expansión o la rotura de las microesferas; una vez rotas, las microesfera no pueden expandirse para crear una espuma. Las temperaturas, presiones, velocidades de cizallamiento, y tiempos de mezclado específicos se seleccionan en función de la composición particular a procesar.

Tras el mezclado en fundido, la composición extrudible expansible se lleva a la boquilla 14 de extrusión (por ejemplo, una boquilla de contacto o caída) a través de una longitud del conducto 18 de transferencia usando una bomba 16 de engranajes que actúa como una válvula para controlar la presión de la boquilla y prevenir por tanto la expansión prematura de las microesferas. La temperatura en el interior de la boquilla 14 se mantiene preferiblemente a prácticamente la misma temperatura que la temperatura en el interior de la conducción 18 de transferencia; y se selecciona de tal forma que está a la temperatura, o por encima de la temperatura, necesaria para producir la expansión de las microesferas expansibles. Sin embargo, aunque la temperatura dentro de la conducción 18 es suficiente para producir la expansión de las microesferas; la presión relativamente elevada dentro de la conducción de transferencia evita su expansión. Una vez que la composición entra en la boquilla 14, sin embargo, la presión cae. La caída de presión, acoplada con la transferencia de calor desde la boquilla; produce la expansión de las microesferas y la composición se espuma en el interior de la boquilla. La presión en el interior de la boquilla continúa cayendo adicionalmente a medida que la composición se acerca a la salida, contribuyendo adicionalmente a la expansión de las microesferas dentro de la boquilla. El caudal de polímero a través del extrusor y la abertura de salida de la boquilla se mantienen de tal forma que a medida que la composición de polímero se procesa a través de la boquilla, la presión en la cavidad de la boquilla sigue siendo suficientemente baja para permitir la expansión de las microesferas expansibles antes de que la composición de polímero alcance la abertura de salida de la boquilla.

La forma de la espuma depende de la forma de la abertura de salida de la boquilla 14. Aunque se pueden producir una variedad de formas, la espuma se produce típicamente en forma de una lámina continua o discontinua. La boquilla de extrusión puede ser una boquilla de caída, una boquilla de contacto, boquilla de perfil, boquilla anular, o una boquilla de colada, por ejemplo, como se describe en *Extrusion Dies: Design & Engineering Computation*, Walter Michaelis, Hanser Publishers, New York, NY, 1984, que se ha incorporado como referencia en la presente memoria en su totalidad.

Puede ser preferible que todas las microesferas expansibles estén al menos parcial o completamente expandidas antes de que la composición de polímero salga de la boquilla. Al ocasionar la expansión de las microesferas poliméricas expansibles antes de que la composición salga de la boquilla, la espuma extrudida resultante se puede producir con tolerancias de densidad y espesor (calibre) estrechas. Una tolerancia estrecha se define como una desviación estándar en la dirección de la máquina (o longitudinal) y en la dirección perpendicular a la banda (o transversal) de la densidad o el espesor sobre la densidad o el espesor promedio (σ/x), respectivamente. El valor de σ/x que se puede obtener según la presente invención puede ser inferior a aproximadamente 0,2, inferior a aproximadamente 0,1, inferior a aproximadamente 0,05, e incluso inferior a aproximadamente 0,025. Sin ninguna intención de limitar, las tolerancias estrechas que se pueden obtener según la presente invención se evidencia por los siguientes ejemplos.

Como se muestra en la Fig. 7, la espuma se puede combinar opcionalmente con un revestimiento 20 dispensado desde un rodillo 22 de alimentación. Los materiales adecuados para el revestimiento 20 incluyen recubrimientos desprendibles, películas de poliéster (por ejemplo, películas de tereftalato de polietileno), y películas de poliolefina (por ejemplo, películas de polietileno). El revestimiento y la espuma se laminan después conjuntamente entre una pareja de rodillos prensadores 24. Tras la laminación, o después de la extrusión pero antes de la laminación, la espuma se expone opcionalmente a la radiación derivada de una fuente 26 de haz de electrones para reticular la espuma; también se pueden utilizar otras fuentes de radiación (por ejemplo, haces de iones y radiación ultravioleta). La reticulación mejora la resistencia cohesiva de la espuma. Tras la exposición, el estratificado se enrolla en un rodillo receptor 28.

Si se desea, la lisura de una o ambas de las superficies de espuma se puede aumentar utilizando un rodillo de agarre para presionar la espuma contra un rodillo de enfriamiento una vez que la espuma sale de la boquilla 14. También es posible estampar en relieve un diseño sobre una o ambas superficies de la espuma poniendo en contacto la espuma con un rodillo diseñado a medida que sale de la boquilla 14 usando técnicas de microrreplicación convencionales, tales como, por ejemplo, las descritas en las patentes US-5.897.930 (Calhoun y col.), US-5.650.215 (Mazurek y col.) y la publicación de patente PCT WO 98/29516A (Calhoun y col.), todas ellas incorporadas a la presente memoria como referencia. El modelo de replicación se puede seleccionar entre una amplia gama de formas geométricas y tamaños, dependiendo del uso deseado de la espuma. La superficie prácticamente lisa de la espuma extrudida permite la microrreplicación de la superficie de la espuma con un alto grado de precisión y exactitud. Dicha elevada calidad de microrreplicación de la presente superficie de la espuma también está facilitada por la capacidad de la espuma para resistir el aplastamiento por la presión ejercida sobre la espuma durante el proceso de microrreplicación. Las técnicas de microrreplicación se pueden utilizar sin aplastar significativamente la espuma porque la espuma incluye microesferas expansibles que no colapsan bajo la presión del rodillo de microrreplicación, en comparación con los agentes de espumación como el gas.

El proceso de extrusión se puede utilizar para preparar un artículo "espumado en su sitio". Dichos artículos encuentran aplicación por ejemplo, como juntas de obturación u otros artículos de llenado de huecos, artículos amortiguadores de vibraciones, hojas de respaldo para cinta adhesiva, hojas de respaldo para láminas retrorreflectantes, colchones antifatiga, respaldo de artículos abrasivos, marcas adhesivas para señalización elevada sobre el pavimento, etc. Los artículos de espumación en su sitio se pueden preparar controlando cuidadosamente la presión y la temperatura dentro de la boquilla 14 y conducción 18 de transferencia de forma que la expansión de las microesferas no se produzca en una extensión apreciable. El artículo resultante se coloca a continuación en la zona deseada, por ejemplo, un área rebajada o superficie abierta y se calienta, o se expone, a una temperatura suficientemente elevada para ocasionar la expansión de las microesferas.

Los artículos de espumación en su sitio se preparan incorporando un agente de soplado químico tal como 4,4'-oxibis (bencenosulfonilhidrazida) en la composición extrudible expansible. El agente de soplado se puede activar después de la extrusión para producir una expansión adicional, permitiendo de esta forma que el artículo rellene el área donde se ha colocado.

El proceso de extrusión también se puede usar para preparar espumas con diseño que tengan áreas de diferentes densidades. Por ejemplo, más adelante del punto en el que el artículo sale de la boquilla, el artículo se puede calentar selectivamente, por ejemplo, usando un rodillo diseñado o una máscara de infrarrojos, para producir la expansión de las microesferas en las zonas designadas del artículo.

La espuma también se puede combinar con una o más composiciones de polímero adicionales, por ejemplo, en la forma de capas, tiras, varillas, etc., preferiblemente mediante coextrusión de composiciones de polímero extrudible adicionales con las composiciones extrudibles que contienen microesferas. La Fig. 7 ilustra un proceso de coextrusión preferido para producir un artículo que muestra una espuma intercalada entre un par de capas de polímero. Tal como se muestra en la Fig. 7, la resina de polímero se añade opcionalmente a un primer extrusor 30 (por ejemplo, un extrusor de tornillo simple) donde se reblandece y mezcla en fundido. La resina mezclada en fundido se alimenta a continuación a un segundo extrusor 32 (por ejemplo, un extrusor de tornillo simple o tornillo doble) en donde se mezclan con los aditivos deseados. La composición extrudible resultante se lleva hasta las cámaras correctas de la boquilla 14 mediante la conducción 34 de transferencia usando una bomba 36 de engranajes. El artículo resultante es un artículo con tres capas que tiene un núcleo de espuma que tiene una capa de polímero en cada una de sus caras principales.

También es posible realizar el proceso de coextrusión de tal forma que se produzca un artículo de dos capas, o de forma tal que se produzcan artículos que tengan más de tres capas (por ejemplo, 10-100 capas o más), equipando la boquilla 14 con un bloque de alimento adecuado, o usando una boquilla que tenga varios vanos o varios colectores. También se pueden incluir capas de adhesivo de coextrusión, capas de imprimación o capas de barrera para potenciar la adhesión entre las capas o para reducir la difusión a través de la construcción. Además, los inventores pueden mejorar la adhesión entre las capas de una construcción que tiene múltiples capas (por ejemplo, A/B) de diferentes composiciones mezclando una fracción del material A con la capa B (A/AB). Dependiendo del grado de adhesión entre capas, variará la concentración de A en la capa B. Los artículos de espuma multicapa también se pueden preparar estratificando capas de polímero adicionales sobre el núcleo de espuma, o sobre cualesquiera capas de polímero coextrudida una vez que el artículo sale de la boquilla 14. Otras técnicas que se pueden usar incluyen revestir la espuma extrudida (es decir, extrudato) con tiras u otras estructuras discretas.

Se pueden realizar técnicas de procesamiento posterior sobre la espuma, que pueden incluir estratificación, gofrado, recubrimiento por extrusión, recubrimiento con disolvente, u orientación, para transmitir propiedades superiores. Las espumas se pueden orientar uniaxialmente o multiaxialmente (es decir, estirarse en una o más direcciones) para producir estructuras de espuma que incluyan microhuecos entre medias, o una separación de la matriz de espuma y las microesferas expansibles (véanse los Ejemplos 85-92). Las Figs. 12a-12d muestran microfotografías SEM de la microestructura de la espuma del Ejemplo 86, antes (Figs. 12a y 12b) y después (Fig. 12c y 12d) de la orientación uniaxial. Las Figs. 12a y 12c son vistas en sección transversal de la microestructura de la espuma tal como se observa en la dirección de la máquina (MD). Esto es, en las Figs. 12a y 12c, la espuma se cortó perpendicular a la dirección del flujo de la espuma a medida que sale de la boquilla y observada en la dirección del flujo. Las Figs. 12b y 12d son vistas en sección transversal de la microestructura de la espuma tal como se observa en la dirección perpendicular a la banda (CD). Esto es, en las Figs. 12b y 12d, la espuma se cortó paralela a la dirección del flujo de la espuma a medida que sale de la boquilla y observada en la dirección perpendicular del flujo.

La selección de la matriz de espuma, tipo/concentración de microesferas expansibles y condiciones de orientación pueden afectar la capacidad de producir materiales de espuma con microhuecos. Las condiciones de orientación incluyen la temperatura, dirección(ones) de estiramiento, velocidad de estiramiento, y grado de estiramiento (es decir, relación de orientación). Se cree que la adhesión interfacial entre la matriz de espuma y las microesferas expansibles debería ser tal que permitiera cierta desunión alrededor de las microesferas tras el estiramiento (es decir, la orientación). También se cree que puede ser preferible una mala adhesión interfacial. Además, se ha encontrado deseable que la matriz de espuma pueda experimentar una elongación relativamente alta (por ejemplo, al menos 100%). La orientación de las muestras de espuma puede producir una reducción en la densidad de la espuma (por ejemplo, hasta aproximadamente 50%) debido a la formación de microhuecos entre la matriz de espuma y las microesferas durante la orientación. Los microhuecos pueden permanecer después del proceso de estiramiento (orientación) o bien pueden desaparecer (es decir, colapsar, pero la interfase permanece no unida). Además, la deslaminación entre la matriz de espuma y las microesferas, con o sin una reducción notable en la densidad, puede dar como resultado una alteración significativa de las propiedades mecánicas de la espuma (por ejemplo, aumento en la flexibilidad, reducción en la rigidez, un aumento en la suavidad de la espuma, etc.). Dependiendo de la aplicación final de la espuma, se pueden seleccionar la gama de materiales y las condiciones de orientación para generar las propiedades deseadas.

Puede ser deseable que la composición de polímero extrudible sea reticulable. La reticulación puede mejorar la resistencia cohesiva de la espuma. Puede ser deseable que la reticulación del polímero extrudible se inicie como mínimo entre la etapa de mezclado en fundido y la salida del polímero por la abertura de la boquilla, antes, durante o después de la espumación, tal como mediante el uso de energía térmica (es decir, endurecimiento activado por calor). De forma alternativa o adicional, la composición de polímero extrudible se puede reticular tras salir de la boquilla, como por ejemplo, mediante exposición a radiación térmica, actínica o ionizante, o combinaciones de las mismas. La reticulación también se puede llevar a cabo con métodos de reticulación química basados en interacciones iónicas. El grado de reticulación se puede controlar para afectar las propiedades del artículo de espuma terminado. Si el polímero extrudido está estratificado, como se describe en la presente memoria, el extrudato de polímero se puede reticular antes o después de la estratificación. Los agentes de reticulación térmica adecuados para la espuma pueden incluir epóxidos y aminas. Preferiblemente, las concentraciones son lo suficientemente bajas para evitar una reticulación excesiva o la formación de gel antes de que la composición salga de la boquilla.

45 Uso

Los artículos que contienen espuma son útiles en una variedad de aplicaciones que incluyen, como ejemplo y como limitación, aplicaciones en la industria aeroespacial, automovilística y dispositivos médicos. Las propiedades de los artículos se adaptan para satisfacer las demandas de las aplicaciones deseadas. Los ejemplos particulares de aplicaciones incluyen artículos amortiguadores de vibraciones, apósitos médicos, hojas de respaldo para cinta adhesiva, hojas de respaldo para láminas retrorreflectantes, colchones antifatiga, marcas adhesivas para señalización elevada sobre el pavimento, junta de obturación y selladores.

La invención se describirá ahora adicionalmente mediante los siguientes ejemplos.

55 **Ejemplos**

Métodos de ensayo

60 Rugosidad superficial

La topología superficial en función del desplazamiento se midió mediante un perfilómetro de triangulación con láser (Cyberscan 200, comercializado por Cyberoptics de Minneapolis, MN). Todas las mediciones se recogieron a temperatura ambiente usando un láser de HeNe (654 nm) con una resolución del selector de intervalo de puntos de 1 micrómetro (PRS-40). El láser se programó para desplazarse por la muestra en saltos discretos de 25 micrómetros con un total de 50 saltos (longitud total = 1250 micrómetros). El tamaño de la muestra fue de

1250 x 1250 micrómetros. Los datos de rugosidad se nivelaron restando un ajuste de regresión lineal de los datos y colocando el promedio a cero. La rugosidad superficial, R_a , se calculó mediante la siguiente relación matemática:

$$R_a = \frac{1}{L_m} \int_0^{L_m} |z(x)| dx \quad (1)$$

en donde R_a es la rugosidad superficial, L_m es la longitud total de desplazamiento, y z es la altura a un desplazamiento de x .

10 Adhesión con despegado a 90°

Una lámina adhesiva con espuma sensible a la presión se estratificó sobre una lámina de 0,127 mm de espesor de aluminio anodizado. Se recortó una tira de cinta que medía 1,27 cm por 11,4 cm de la lámina, y se aplicó a un sustrato metálico que estaba pintado con una composición de pintura para automóviles formada por una base y un recubrimiento transparente (RK-7072 de DuPont Co.). A continuación, la tira se desenrolló usando un total de cuatro pasadas de un rodillo metálico de 6,8 kg. La muestra se envejeció a una de las siguientes condiciones antes de someterse a ensayo:

1 hora a temperatura ambiente (22 °C)

3 días a temperatura ambiente (22 °C)

7 días a 70 °C.

5 días a 100 °C y 100% de humedad

Tras el envejecimiento, el panel se montó en un modulómetro Instron™ de forma que la cinta se estiraba con un ángulo de 90 grados a una velocidad de 30,5 cm por minuto. Los resultados se determinan en libras por 1 centímetro (0,5 pulgadas), y se convirtieron a Newtons por decímetro (N/dm).

30 Adhesión con despegado en T

Este ensayo se realizó según la norma ASTM D3330-87 salvo en lo especificado. Una tira de la cinta de espuma que medía 11,43 cm por 1,27 cm de ancho se estratificó entre dos tiras de aluminio anodizado (10,16 cm por 1,59 cm de anchura por 0,127 mm de espesor). La muestra de ensayo estratificada se acondicionó durante al menos 1 hora a temperatura ambiente (22 °C), y a continuación se sometió a ensayo para determinar la resistencia cohesiva con un modulómetro Instron™ con despegado a 180° y una velocidad de la cruceta de 77,42 centímetros por minuto (30,48 pulgadas por minuto). Los resultados del ensayo se registraron en libras por 1,27 centímetros (½ pulgada), y los resultados se convirtieron a Newton/decímetro (N/dm).

40 Tracción y elongación

Este ensayo se realizó según la norma ASTM D412-92 salvo en lo especificado. Se recortó una muestra de la espuma en forma de "hueso de perro" con una anchura de 0,635 mm en la parte central. Los extremos de la muestra se pinzaron en un modulómetro Instron y se separaron a una velocidad de la cruceta de 50,8 cm por minuto. El ensayo mide la tensión máxima (en libras por pulgada cuadrada que se convirtieron a kilopascales [kPas]), la cantidad de elongación o deformación máxima (en % de la longitud original), y la energía máxima (en libras pie, que se convirtieron a julios (J)).

Resistencia a cizallamiento estático

Una tira de 2,54 cm por 2,54 cm de cinta de espuma adhesiva sensible a la presión se estratificó sobre un panel de aluminio anodizado de 0,51 mm de espesor que medía aproximadamente 2,54 cm por 5,08 cm. Un segundo panel del mismo tamaño se colocó sobre la cinta de forma que hubiera un solapamiento de 2,54 cm, y los extremos de los paneles se extendieron opuestamente entre sí. A continuación, la muestra se laminó con un rodillo metálico de 6,8 kg de forma que el área total de contacto del panel fuera de 2,54 cm por 2,54 cm. El panel preparado se acondicionó a temperatura ambiente, es decir, a aproximadamente 22 °C, durante al menos 1 hora. Después, el panel se colgó en un horno a 70 °C y se colocó a 2 grados de la vertical para evitar el modo de fallo por despegado. Una pesa de 750 gramos se colgó del extremo libre de la muestra. Se registró en minutos el tiempo necesario para que la muestra pesada se cayera del panel. De no producirse el fallo en 10.000 minutos, el ensayo se interrumpió y los resultados se registraron como 10.000+minutos.

Composición de 1 masa fundida

5 Se preparó una composición de adhesivo sensible a la presión por mezcla de 90 partes de IOA (acrilato de isooctilo), 10 partes de AA (ácido acrílico), 0,15 partes de 2,2 dimetoxi-2-fenilacetofenona (Irgacure™ 651 comercializado por Ciba Geigy) y 0,03 partes de IOTG (tioglicolato de isooctilo). La composición se introdujo en envases que medían aproximadamente 10 cm por 5 cm por 0,5 cm de espesor tal como se ha descrito en la patente US-5.804.610, presentada el 28 de agosto de 1997, concedida el 8 de septiembre de 1998 e incorporada como referencia en la presente memoria. La película de envasado fue un copolímero de etileno-acetato de vinilo de 0,0635 de espesor (VA-24 Film comercializado por CT Film de Dallas, TX.) Los envases se sumergieron en un baño de agua, y al mismo tiempo, se expusieron a radiación ultravioleta a una intensidad de 3,5 milivatios por centímetro cuadrado y una energía total de 1627 milijulios por centímetro cuadrado medido en unidades NIST para formar un adhesivo sensible a la presión envasado. El adhesivo resultante tuvo una IV (viscosidad intrínseca de aproximadamente 1,1 decilitros/gramo, un Mx de $5,6 \times 10^5$ g/mol y un Mn de $1,4 \times 10^5$ g/mol.

15 Composición 2 de masa fundida

Se preparó un adhesivo envasado siguiendo el procedimiento de la Composición 1 de masa fundida salvo que se usaron 97 partes de IOA y 3 partes de AA.

20 Composición 3 de masa fundida

Se preparó un adhesivo envasado siguiendo el procedimiento de la Composición 1 de masa fundida salvo que se usaron 80 partes de IOA y 20 partes de AA.

25 Composición 4 de masa fundida

Se preparó una Composición de masa fundida de adhesivo sensible a la presión que tenía 96 partes de IOA y 4 partes de ácido metacrílico siguiendo el procedimiento descrito en la patente US-4.833.179 (Young y col.) incorporada como referencia en la presente memoria en su totalidad.

30 Composición 5 de masa fundida

35 Se preparó un adhesivo envasado siguiendo el procedimiento de la Composición 1 de masa fundida salvo que se usaron 46,25 partes de acrilato de isooctilo, 46,25 partes de acrilato de n-butilo (nBA), y 7,5 partes de ácido acrílico. Los adhesivos envasados se compusieron a continuación en un extrusor de doble tornillo con 17% del agente de pegajosidad Escorez™ 180 (comercializado por Exxon Chemical Corp.) para formar la Composición 5 de masa fundida.

Composición 6 de masa fundida

40 Se preparó una Composición de masa fundida adhesiva siguiendo el procedimiento de la Composición 5 de masa fundida, salvo que la composición adhesiva envasada tenía 45 partes de IOA, 45 partes de nBA y se usaron 10 partes de AA.

Composición 7 de masa fundida

45 Se preparó una Composición de masa fundida adhesiva siguiendo el procedimiento de la Composición 1 de masa fundida, salvo que la composición de los envases también incluía 0,25 partes de acriloxibenzofenona por cien partes de acrilato.

Composición 8 de masa fundida

50 Se preparó una composición de masa fundida que tenía 90 partes de IOA y 10 partes de AA siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1 de la patente US-5.637.646 (Ellis), incorporado como referencia en la presente memoria en su totalidad.

Composición 9 de masa fundida

55 Se preparó una composición de masa fundida que tenía 95 partes de IOA y 5 partes de AA siguiendo el procedimiento de la Composición 1 de masa fundida.

Composición 10 de masa fundida

60 Se preparó una composición de masa fundida que tenía 90 partes de acrilato de 2-etilhexilo y 10 partes de AA siguiendo el procedimiento de la Composición 1 de masa fundida.

Proceso de extrusión

65 La composición de masa fundida se alimentó a un extrusor de tornillo simple de 51 mm (Bonnot) y se mezcló. Las temperaturas del extrusor y de la manguera flexible a la salida del extrusor se ajustaron a 93,3 °C, y el caudal de salida se

controló mediante una bomba de engranajes Zenith. El adhesivo mezclado se alimentó seguidamente a un extrusor de doble tornillo corrotatorio con tres puertos de aditivo (Werner Pfeider) que funcionaba a una velocidad de tornillo de 200 rpm con un caudal de aproximadamente 10 libras/hora (4,5 kilogramos/hora). La temperatura de todas las zonas del extrusor de doble tornillo se configuró a las temperaturas específicas indicadas en los ejemplos específicos. Se añadieron las microesferas poliméricas expansibles corriente abajo en el tercer puerto de alimentación a aproximadamente los tres cuartos del cilindro del extrusor. Las temperaturas de la manguera y la boquilla se ajustaron a las temperaturas indicadas en los ejemplos específicos. El extrudato se bombeó a una caída de vacío de 15,24 cm en la boquilla y se afinó hasta un espesor de 1,016 mm. Las láminas de espuma resultantes tuvieron un espesor de aproximadamente 1 mm. La lámina extrudida se moldeó sobre un rodillo de enfriamiento ajustado a 7,2 °C, enfriado a aproximadamente 25 °C, y después se transfirió sobre un recubrimiento desprendible de polietileno de 0,127 mm de espesor.

Ejemplos 1-5

Se prepararon láminas de espuma de los Ejemplos 1-5 usando la Mezcla fundida de composición 1 en el proceso anteriormente descrito usando cantidades variables de microesferas poliméricas expansibles que tienen una composición de la envoltura que contienen acrilonitrilo y metacrilonitrilo (F100D comercializado por Pierce Stevens, Búfalo, NY). Las cantidades de las microesferas en partes en peso por 100 partes de composición adhesiva (EMS - pph) se muestran en la Tabla 1. Las temperaturas del extrusor se configuraron a 93,3 °C, y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 193,3 °C. Tras enfriar, las hojas de espuma extrudida se transfirieron a una película de polietileno de 0,127 mm de espesor y se reticularon mediante una unidad de procesamiento mediante haz de electrones (ESI Electro Curtain) que funcionaba a una tensión de aceleración de 5E-14 J (300 keV) y a una velocidad de 6,1 metros por minuto. La dosis medida del haz de electrones fue 40.000 Gray (Gy) (4 megaRads [mrads]). Todas las espumas fueron pegajosas. Las láminas de espuma de los Ejemplos 1, 2, 4, y 5 se unieron (por ejemplo, se laminaron) sobre una película de adhesivo bicapa usando la presión de un rodillo de agarre para formar una cinta. La primera capa de la película adhesiva se preparó disolviendo 10 partes de poliamida (Macromelt 6240 de Henkel) en una mezcla disolvente de 50 partes de isopropanol y 50 partes de n-propanol, revistiendo la solución sobre un recubrimiento desprendible, y secando en un horno a 121 °C durante aproximadamente 15 minutos. La segunda capa de la película adhesiva fue un adhesivo sensible a la presión basado en disolvente que tenía una composición de 65 partes de IOA, 30 partes de acrilato de metilo y 5 partes de AA preparado según el método descrito en Re24906 (Ulrich), incorporado a la presente memoria por referencia. A continuación se colocó un recubrimiento desprendible sobre el adhesivo sensible a la presión basado en disolvente y la cara de poliamida de la película adhesiva se estratificó mediante presión sobre la espuma. Las cintas se sometieron al ensayo de despegado del adhesivo a 90°, adhesión con despegado en T, tracción y elongación, y resistencia al cizallamiento estático. Los resultados del ensayo y las densidades de la espuma de todos los ejemplos se muestra en la Tabla 1.

La espuma del Ejemplo 1 tenía una rugosidad superficial (R_a) de 29 micrómetros.

Ejemplo 6

Se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 3 salvo que las temperaturas del extrusor se configuraron a 121 °C, y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 177 °C. Tras enfriar, la espuma se reticuló con una dosis de 80.000 Gy (8 mrads).

Ejemplos 7-9

Se prepararon cintas de espuma revestidas con adhesivo sensible a la presión siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1, salvo que las temperaturas del extrusor se configuraron a 121 °C y las cantidades de las microesferas fueron 6, 8, y 10 pph para los Ejemplos 7, 8, y 9 respectivamente.

Ejemplos 10-13

Se prepararon láminas de espuma siguiendo el procedimiento de Ejemplo 3, salvo que las temperaturas del extrusor se configuraron a 82 °C, las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 104 °C, y según las condiciones especificadas a continuación.

Para el Ejemplo 10, se utilizaron 2 pph de microesferas poliméricas expansibles (F50D comercializado por Pierce Stevens) y el caudal del extrusor fue 4,08 kg por hora.

Para el Ejemplo 11, se utilizaron 2 pph de microesferas poliméricas expansibles que tenían una composición de la envoltura que contenía acrilonitrilo, cloruro de vinilideno, y metacrilato de metilo (microesferas encapsuladas Expancel 461 comercializadas por Akzo Nobel).

Para el Ejemplo 12, se utilizaron 2 pph de microesferas poliméricas expansibles que tenían una composición de la envoltura que contenía acrilonitrilo, cloruro de vinilideno, y metacrilato de metilo (microesferas encapsuladas Expancel 461 comercializadas por Akzo Nobel), las temperaturas del extrusor se configuraron a 93,9 °C, y las temperaturas de la

boquilla y la manguera se configuraron a 193.3 °C. Se midió la separación libre promedio de la espuma. La rugosidad superficial (R_a) fue 14 micrómetros, y una parte de la espuma se muestra en la Figura 1 (a) y 1(b).

5 El Ejemplo 13 se preparó siguiendo el procedimiento del Ejemplo 12, salvo que se usaron 2 pph de microesferas poliméricas expansibles que tenían una envoltura que contenía acrilonitrilo, metacrilonitrilo, y metacrilato de metilo (microesferas F80SD comercializadas por Pierce Stevens) y las temperaturas del extrusor se configuraron a 93.3 °C. Adicionalmente, se mezclaron 0,15 partes en peso por diez partes de acrilato de 2,4-bis(triclorometil)-6-4-metoxifenil)-s-triazina con las microesferas poliméricas expansibles y se añadieron al extrusor. La espuma resultante se reticuló con una lámpara de vapor de mercurio con 500 milijulios/centímetro cuadrado de energía (unidades NIST). La espuma tenía una rugosidad superficial (R_a) de 33 micrómetros.

Ejemplos 14-15

15 Se prepararon cintas de espuma de adhesivo sensible a la presión siguiendo los procedimientos de los Ejemplos 2 y 3, respectivamente, salvo que las temperaturas del extrusor se configuraron a 121 °C y se añadió un 10% en peso de un agente de pegajosidad fundido (Escorez™ 180 obtenido de Exxon Chemical Co.) al primer puerto del cilindro del extrusor. El caudal del extrudato fue de 4,08 kg por hora de acrilato mezclado, y 0,45 kg por hora del agente de pegajosidad. La espuma enfriada se reticuló con una dosis de 80.000 Gy (8 mrad).

Ejemplo 16

20 Se preparó una cinta de espuma de adhesivo sensible a la presión siguiendo el procedimiento del Ejemplo 2 salvo que se mezclaron 0,2 partes por cien partes de acrilato de un agente de soplado químico (de 4,4' oxibis(bencenosulfonilhidrazida) obtenida como Celogen OT de Uniroyal Chemical Co.) con las microesferas y se añadieron al extrusor.

Ejemplo 17

30 Se preparó una cinta de espuma de adhesivo sensible a la presión siguiendo el procedimiento del Ejemplo 2 salvo que las temperaturas del extrusor se mantuvieron a 110 °C. Se añadió una mezcla de 50 partes en peso de microesferas poliméricas expansibles F80SD y 50 partes en peso de un agente de soplado químico mixto (BIH, una mezcla al 85% de bicarbonato sódico y 15% de ácido cítrico, comercializada por Boehringer-Ingelheim) a una velocidad de 2 pph. El caudal del extrusor fue 3,54 kg por hora. La espuma resultante se reticuló como en el Ejemplo 1 con una dosis de 60.000 Gy (6 mrad).

Ejemplo 18

40 Se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 3 salvo que se añadieron 1,6 pph de microesferas poliméricas expansibles F80SD, así como 0,4 pph de burbujas de vidrio (S-32 comercializadas por Minnesota Mining & Manufacturing Company). Las microesferas y las burbujas de vidrio se mezclaron entre sí antes de añadirse al extrusor.

La espuma tuvo una rugosidad superficial (R_a) de 24 micrómetros en una superficie principal y de 21 micrómetros en la otra superficie principal.

Ejemplos 19-20

50 Se prepararon láminas de espuma siguiendo los procesos de extrusión anteriores usando la Composición 3 de masa fundida y 2 pph de microesferas poliméricas expansibles (F80SD). Las temperaturas del extrusor se configuraron a 110 °C, y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 193 °C. La velocidad de alimentación del extrusor fue 3,58 kg/h. El Ejemplo 20 también incluyó un plastificante (Santicizer 141 comercializado por Monsanto) y que se alimentó al extrusor a 0,36 kg/h. Las espumas se reticularon siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1. El Ejemplo 19 se estratificó adicionalmente sobre el adhesivo pelicular del Ejemplo 1.

Ejemplo 21

55 Se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 20 salvo que la Composición 4 de masa fundida se alimentó directamente al extrusor de doble tornillo, y se utilizaron 4 pph de microesferas poliméricas expansibles F80SD.

Ejemplos 22-27

60 Se prepararon láminas de espuma de adhesivo sensible a la presión que tenían el adhesivo pelicular del Ejemplo 2 siguiendo el procedimiento del Ejemplo 2 salvo que se usaron microesferas poliméricas expansibles F80 en lugar de F100D y las temperaturas del extrusor se configuraron a 104 °C. Los aditivos también se añadieron en el primer puerto del extrusor en el tipo y cantidad de cada ejemplo de la siguiente forma:

65

Ejemplo 22 -10% en peso del extrudato de polietileno (Engage™ 8200 comercializado por Dow Chemical Co.) se añadió al extrusor a una velocidad de 0,45 kg/h en el primer puerto.

Ejemplo 23 - 20% en peso del extrudato del copolímero de bloques de estireno-isopreno-estireno (Kraton™ D1107 comercializado por Shell Chemical Co.) se añadió al extrusor a una velocidad de 0,9 kg/h. La espuma tuvo una rugosidad superficial (R_a) de 25 micrómetros en una superficie principal y de 19 micrómetros en la otra superficie principal.

Ejemplo 24 - Como el Ejemplo 23 salvo que no se estratificó ningún otro adhesivo a la espuma.

Ejemplo 25 - 25% en peso del extrudato de poliéster (Dynapol™ 1402 (comercializado por Huls America) se añadió al extrusor a una velocidad de 1,13 kg/h.

Ejemplo 26 - Como el Ejemplo 25 salvo que no se estratificó ningún otro adhesivo a la espuma.

Ejemplo 27

Se preparó una espuma de adhesivo sensible a la presión usando la Composición 7 de masa fundida y 2 pph de microesferas poliméricas expansibles (F80SD). Las temperaturas del extrusor se configuraron a 104 °C y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 193 °C. La espuma resultante se enfrió y se reticuló con una dosis de haz de electrones de 40.000 Gy (4 mrad) a una tensión de aceleración de 5E-14 Julios (J) (300 kilo-electronvoltios [Kev]).

Ejemplo 28

Se preparó una lámina de espuma en monocapa siguiendo el procedimiento del Ejemplo 3 salvo que se utilizó una boquilla de coextrusión con un vano de 25,4 cm de anchura en lugar de una boquilla de caída, la temperatura del extrusor se configuró a 104 °C, y se utilizaron microesferas poliméricas expansibles F80SD. No se produjo flujo de material a través de los vanos de salida. La espuma enfriada se reticuló con una dosis de haz de electrones de 60.000 Gy (6 mrad) a una tensión de aceleración de 5E-14 J (300 Kev).

Ejemplo 29

Se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 28 salvo que se utilizó la Composición 2 de masa fundida.

Ejemplo 30

Se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 29 salvo que se utilizaron microesferas poliméricas expansibles F100D.

Ejemplos 31-33

Se prepararon láminas de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 28 salvo que los vanos exteriores estaban abiertos y una capa de la Composición 5 de masa fundida se coextruyó sobre cada superficie principal de la lámina de espuma. El espesor de la capa de la Composición 3 fue 50 micrómetros, 100 micrómetros y 150 micrómetros (es decir, 2 milésimas, 4 milésimas y 6 milésimas) para los Ejemplos 31, 32 y 33, respectivamente. Las temperaturas del extrusor y la manguera para las capas adicionales se configuró a 177 °C. La lámina de espuma del Ejemplo 31 tuvo una rugosidad superficial (R_a) de 24 micrómetros.

Ejemplo 34

Se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento de Ejemplo 31, salvo que las temperaturas del extrusor se configuraron a 93,3 °C, y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 171 °C; y se añadió un agente de pegajosidad. La velocidad de alimentación del extrusor fue 4,08 kg/h para la Composición 1 y 0,45 kg/h para el agente de pegajosidad (Escorez™180). La Composición 5 de masa fundida se extruyó simultáneamente hasta un espesor de 100 micrómetros sobre cada superficie principal de la espuma. El material compuesto coextrudido se reticuló con un haz de electrones a una tensión de aceleración de 4,41E-14 J (275 Kev) y una dosis de 80.000 Gy (8 mrad).

Ejemplo 35

Se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 34 salvo que en lugar del agente de pegajosidad, se añadió polietileno de baja densidad (Dowlex™2517 comercializado por Dow Chemical Co.) al extrusor a una velocidad de alimentación de 1,36 kg/h y la Composición 1 se alimentó a una velocidad de 3,18 kg/h. La Composición 6 de masa fundida se extruyó simultáneamente hasta un espesor de 50 micrómetros sobre cada superficie principal de la espuma. El material compuesto coextrudido resultante se enfrió y se reticuló con un haz de electrones a una tensión de aceleración de 4E-14 J (250 Kev) y una dosis de 60.000 Gy (6 mrad).

Ejemplos 36-37

5 Se prepararon láminas de espuma de adhesivo sensible a la presión siguiendo el procedimiento del Ejemplo 31 salvo que las microesferas utilizadas fueron una mezcla 50/50 de microesferas F80SD y F100D y las temperaturas del extrusor se configuraron a 93 °C, y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 171 °C. El Ejemplo 36 se reticuló con una tensión de aceleración del haz de electrones de 4E-14 J (250 Kev) y una dosis de 60.000 Gy (6 mrad). Los vanos exteriores de la boquilla se abrieron para el Ejemplo 37 y la espuma se coextruyó con una capa de polietileno de baja densidad (Dowlex™2517) de 0,15 mm de espesor en una de las superficies principales de la espuma. Tras enfriar, la capa de polietileno se pudo retirar del adhesivo. Este ejemplo ilustra la espuma de adhesivo sensible a la presión con un revestimiento. Además, el material compuesto bicapa se puede reticular con un haz de electrones para unir permanentemente la espuma al polietileno.

Ejemplo 38

15 Se preparó una lámina de espuma de adhesivo sensible a la presión siguiendo el procedimiento del Ejemplo 28 salvo que la Composición 8 de masa fundida se alimentó directamente al extrusor de doble tornillo.

Ejemplo 39

20 Se preparó una lámina de espuma de adhesivo sensible a la presión siguiendo el procedimiento del Ejemplo 19 salvo que se utilizó la Composición 9 de masa fundida y la velocidad de alimentación del extrusor fue 4,5 kg/h.

Ejemplos 40-42

25 Se prepararon láminas de espuma extruyendo la Composición 1 con copolímero de etileno acetato de vinilo (EVA). El EVA usado en los Ejemplos 40, 41, y 42 fueron Elvax™250 (índice de fundido de 25, contenido en acetato de vinilo del 28%), Elvax™260 (índice de fundido de 6,0, contenido en acetato de vinilo del 28%), y Elvax™660 (índice de fundido de 2,5, contenido en acetato de vinilo del 12%) respectivamente. Todos los EVA están comercializados por DuPont Co. La Composición 1 se alimentó al extrusor a una velocidad de 2,7 kg/h y el EVA se alimentó a una velocidad de 1,8 kg/h. Se usó una carga de 3 pph de microesferas poliméricas expansibles F100D. Las temperaturas del extrusor se configuraron a 104 °C y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 193 °C. Adicionalmente, los Ejemplos 40 y 41 se coextruyeron con una capa de Composición 1 de masa fundida de 0,064 mm de espesor en ambas superficies principales de la espuma. Todas las espumas coextrudidas se reticularon con una tensión de aceleración del haz de electrones de 5E-14 J (300 Kev) y una dosis de 60.000 Gy (6 mrad). La rugosidad superficial (R_a) del Ejemplo 40 fue 27 micrómetros.

Ejemplo 43

40 Se preparó una lámina de espuma no adherente siguiendo el procedimiento del Ejemplo 40 excepto que solamente se extruyó EVA (Elvax™ 250) con 3 pph de microesferas poliméricas expansibles (F100D). La rugosidad superficial (R_a) fue 23 micrómetros en una superficie principal de la espuma y de 27 micrómetros en la otra superficie principal.

Ejemplo 44

45 Se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 40 salvo que en lugar de EVA, se utilizó un polietileno de alta densidad (Dowlex™IP-60 comercializado por Dow Chemical Co.). Las velocidades de alimentación de la Composición 1 y el polietileno fueron 3,63 kg/h y 0,91 kg/h, respectivamente.

Ejemplo 45

50 Se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 44 salvo que se utilizó un polietileno de baja densidad (Dowlex™2517). Las velocidades de alimentación de la Composición 1 y el polietileno fueron 3,18 kg/h y 1,36 kg/h, respectivamente.

Ejemplo 46

55 Se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 44 salvo que la Composición 9 de masa fundida se extruyó con un poliéster (Dynapol™1157 comercializado por Huls) y 3 pph de microesferas poliméricas expansibles (F80). La temperatura del extrusor se configuró a 93 °C y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 171 °C. Las placas finales de la boquilla se extruyeron a una temperatura de 199 °C para conseguir un espesor uniforme para la lámina. Las velocidades de alimentación de la Composición 9 y el poliéster fueron 3,18 kg/h y 1,36 kg/h, respectivamente. La espuma resultante se enfrió y después se reticuló con un haz de electrones a una tensión de aceleración de 4,41E-14 J (275 Kev) y una dosis de 60.000 Gy (6 mrad).

65

Ejemplo 47

5 Se preparó una lámina de espuma no adherente siguiendo el procedimiento del Ejemplo 46 excepto que solamente se extruyó poliéster (Dynapol™1157) con 4 pph de microesferas poliméricas expansibles (F80SD). La espuma tuvo una rugosidad superficial (R_a) de 27 micrómetros.

Ejemplo 48

10 Se preparó una lámina de espuma cilíndrica de 2,54 cm de diámetro siguiendo el procedimiento del Ejemplo 44 salvo que tanto la Composición 1 de masa fundida como el polietileno de alta densidad se alimentaron al extrusor a una velocidad de 2,27 kg/h con 2 pph de microesferas poliméricas expansibles (F80SD). La boquilla se extrajo de forma que la espuma se extruyó desde la manguera con forma cilíndrica.

Ejemplo 49

15 Se preparó una lámina de espuma cilíndrica de 1,27 cm de diámetro siguiendo el procedimiento del Ejemplo 23 salvo que tanto la Composición 1 de masa fundida como el copolímero de bloques se alimentaron al extrusor a una velocidad de 2,27 kg/h con 2 pph de microesferas poliméricas expansibles (F80SD). La boquilla se extrajo y la espuma se extruyó desde la manguera con forma cilíndrica.

Ejemplos 50-52

25 Se preparó una lámina de espuma del Ejemplo 50 alimentando un copolímero de bloques estireno-isopreno-estireno (Kraton™ D1107) al extrusor de doble tornillo del Ejemplo 1 a una velocidad de alimentación de 1,8 kg/h. Se alimentó un agente de pegajosidad (Escorez™ 1310 LC, comercializado por Exxon Chemical Co.) en el primer puerto a una velocidad de alimentación de 1,8 kg/h y se alimentaron microesferas poliméricas expansibles (F80SD) en el tercer puerto a una velocidad de 2 partes por cien partes del copolímero de bloques y el agente de pegajosidad. Las temperaturas del extrusor se configuraron a 121 °C y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 193 °C. La espuma adhesiva resultante tuvo una densidad de 539,2 Kg/m³ (33,7 lbs/ft³). La muestra tenía propiedades de liberación activada por estiramiento (es decir, era desprendible mediante estiramiento) tales como las descritas por Bries y col. en la patente US-5,507.464, que se incorporado como referencia en la presente memoria.

35 En el Ejemplo 51, se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 51 salvo que se utilizaron 8 pph de microesferas poliméricas expansibles F80SD. La espuma resultante tuvo una densidad de 264 kg/m³ (16,5 lb/pie cúbico).

40 En el Ejemplo 52, se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 51 salvo que el copolímero de bloques era estireno-etileno-butileno-estireno (Kraton G1657 comercializado por Shell Chemical Co.) y el agente de pegajosidad fue Arkon P-90 (comercializado por Arakawa Chemical USA). La espuma adhesiva resultante tuvo una densidad de 590,4 kg/m³ (36,9 lb/pie cúbico). Esta muestra también tenía propiedades de liberación con estiramiento activadas, como se ha descrito en los anteriores documentos de patente estadounidense y solicitud PCT publicada de Bries y col.

Ejemplo 53

45 Se preparó una lámina de espuma siguiendo el procedimiento del Ejemplo 31 salvo que las temperaturas del extrusor se configuraron a 93 °C, y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 171 °C. La espuma se coextruyó sobre una capa de adhesivo de 0,1 mm sobre cada una de las superficies principales de la lámina. El adhesivo fue un copolímero de bloques estireno-isopreno-estireno adherente (HL2646 comercializado por HB Fuller). La espuma resultante tuvo una densidad de 464 kg/m³ (29 lb/pie cúbico).

Ejemplos 54-57

55 Las espumas se prepararon por alimentación del polihexeno con una viscosidad intrínseca de 2,1 al extrusor de doble tornillo a una velocidad de 4,5 kg/h y microesferas poliméricas expansibles (F1 00D) a una velocidad de 2 pph para el Ejemplo 54 y 4 pph para el Ejemplo 55. Se prepararon láminas de los Ejemplos 56 y 57 siguiendo el procedimiento de los Ejemplos 54 y 55, respectivamente; salvo que el polihexeno se alimentó al extrusor a una velocidad de 3,31 kg/h y se alimentó un agente de pegajosidad (Arkon P-115 comercializado por Arakawa Chemical USA); al primer puerto a una velocidad de 1,63 kg/h, y las microesferas poliméricas expansibles se mezclaron con 0,3 pph de 2,4-bis(triclorometil)-6-4-metoxifenil)-s-triazina antes de añadirse al extrusor.

Ejemplo 58

65 La Composición 1 de masa fundida se procesó en un extrusor de tornillo simple Bonnet de 10,16 mm. El extrusor se hizo funcionar a temperatura ambiente, basándose solamente en el calor generado mecánicamente para reblandecer y mezclar la composición. La mezcla se alimentó a la Zona 1 de un extrusor de doble tornillo (extrusor

de doble tornillo corrotatorio Berstorff [ZE-40] de 40 mm) en donde se mezcló con las microesferas poliméricas expansibles (F100). Se utilizó un diseño de tornillo de mezcla convencional con un amasado hacia delante en la Zona 2, un amasado hacia atrás en la Zona 4, Zona 6, y Zona 8 con elementos transportadores autolimpiantes en el resto de las zonas. La velocidad del tornillo fue de 125 rpm, dando como resultado presiones de funcionamiento de 52,7 kilopascales y caudales totales de 11,3 kg/h. Las temperaturas del extrusor se configuraron a 104 °C, y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 193 °C. Este perfil de temperatura evitó la expansión durante el mezclado y minimiza la rotura de las microesferas poliméricas expansibles. El caudal del extrudado se controló mediante una bomba de engranajes Normag. Las microesferas poliméricas expansibles se alimentaron a la Zona 7 del extrusor de doble tornillo usando un alimentador Gehricke (GMD-60/2) a velocidades de 0,23 kg/h. Una boquilla de caída de 15,24 cm de anchura afinada a 1 mm se hizo funcionar a 193 °C. La banda se coló sobre un rodillo de laminación enfriado y se estratificó sobre un recubrimiento desprendible a una velocidad de 1,5 metros por minuto. Tras el recubrimiento, la lámina de espuma se reticuló mediante haz de electrones usando un equipo ESI Electro Curtain a una dosis de 80.000 Gy (8 mrad) y un voltaje de aceleración de 5E-14 J (300 keV). La espuma resultante se muestra en la Figura 2(a) y 2(b). La espuma tenía una rugosidad superficial (R_a) de 37 micrómetros.

Ejemplos de referencia 59-61

Estos ejemplos ilustran espumas que son adecuadas para usar en una aplicación de espumación en su sitio. Se preparó una lámina de espuma del Ejemplo 59 siguiendo el procedimiento del Ejemplo 3 salvo que contenía 10 pph de microesferas poliméricas expansibles F80SD y las temperaturas del extrusor, manguera y boquilla se configuraron, todas ellas, a 88 °C para minimizar la expansión de la espuma en la boquilla. La espuma no se reticuló y tuvo una densidad de 880 kg/m³ (55 lb/pie cúbico). Tras posterior calentamiento a una temperatura de 193 °C durante cinco minutos, la densidad se redujo a 208 kg/m³ (13 libras/pie cúbico). Se preparó una espuma del Ejemplo 60 siguiendo el procedimiento del Ejemplo 59 salvo que se utilizó la Composición 2 de masa fundida y las temperaturas del extrusor, manguera y boquilla se configuraron, todas ellas, a 104 °C. Tras enfriar, la espuma tuvo una densidad de 960 kg/m³ (60 lb/pie cúbico). Tras posterior calentamiento a una temperatura de 193 °C durante cinco minutos, la densidad se redujo a 240 kg/m³ (15 lb/pie cúbico). Se preparó una lámina de espuma del Ejemplo 61 siguiendo el procedimiento del Ejemplo 59 salvo que el poliéster (Dynapol™1157) se alimentó al extrusor a una velocidad de 9 kg/h, y las temperaturas del extrusor, manguera y boquilla se configuraron, todas ellas, a 110 °C. La lámina de espuma de 1,14 mm de espesor se reticuló con una tensión de aceleración del haz de electrones de 4,41E-14 (275 Kev) y una dosis de 60.000 Gy (6 mrad).

Ej	EMS pph	Densidad de la espuma Kg/m ³	Adhesión despegado a 90° -N/dm				Despegado en T N/dm	Tracción y elongación			Minutos de Cizallamiento en solapamiento
			1 h 1 °C	3 días 21 °C	7 días 70 °C	5 días 100/100		Tensión máxima KPas	Elong %	Energía máxima Julios	
1	1	745,6	150,5	210	*843,5	269,5	399	758	730	1,36	10.000+
2	2	668,8	150,5	217	*728	301	353,5	896	645	1,50	10.000+
3	2	668,8	133	224	*598,5	353,5	353,5	896	725	1,77	10.000+
4	3	608	143,5	217	*682,5	280	339,5	965	548	1,50	10.000+
5	4	561,6	136,5	206,5	*612,5	332,5	203	896	499	1,28	10.000+
6	3	672	122,5	213,5	*672	203	262,5	1172	508	1,24	10.000+
7	6	NP	206,5	126	112	112	NP	621	201	0,39	10.000+
8	8	NP	77	84	66,5	77	NP	586	57	0,08	10.000+
9	10	NP	77	56	56	56	NP	689	49	0,08	10.000+
10	2	782,4	80,5	101,5	*479,5	171,5	217	689	700	0,82	10.000+
11	2	812,8	91	115,5	437,5	217	231	827	699	1,09	10.000+
12	2	584	115,5	192,5	*605,5	273	231	1393	413	1,50	10.000+
13	2	516,8	157,5	283,5	*420	241,5	213,5	634	491	0,82	
14	2	651,2	171,5	231	*717,5	311,5	357	827	612	1,41	10.000+
15	2	651,2	171,5	259	*703,5	*388,5	339,5	827	667	1,46	10.000+
16	2	572,8	175	234,5	*595	*483	294	552	595	1,01	10.000+
17	1	608	77	101,5	*577,5	164,5	262,5	4020	623	1,31	10.000+
18	1,6	524,8	119	157,5	*430,5	*448	189	1027	513	1,63	10.000+
19	2	715,2	73,5	101,5	*507,5	308	245	4254	489	3,67	10.000+
20	2	672	52,5	*290,5	*528,5	*525	185,5	1751	652	2,45	10.000+
21	4	436,8	80,5	77	*203	189	42	586	283	1,36	10.000+

Tabla 1

Ej	EMS pph	Densidad de la espuma Kg/m ³	Adhesión despegado a 90° -N/dm				Despegado en T N/dm	Tracción y elongación			Minutos de Cizallamiento en solapamiento
			1 h 21 °C	3 días 21 °C	7 días 70 °C	5 días 100/100		Tensión máxima KPas	Elong %	Energía máxima Julios	
22	2	NP	185,5	269,5	*434	273	NP	552	504	0,73	
23	2	NP	150,5	213,5	*486,5	280	NP	655	583	0,10	10.000+
24	2	NP	154	210	*640,5	*528,5	NP	NP	NP	NP	10.000+
25	2	NP	157,5	220,5	*504	357	NP	620,55	490	0,08	10.000+
26	2	NP	178,5	*469	*448	*430,5	NP	NP	NP	NP	10.000+
27	2	NP	154	164,5	*588	241,5	NP	620,55	618	0,83	10.000+
28	2	620,8	154	217	*458,5	*479,5	NP	NP	NP	NP	10.000+
29	2	587,2	91	87,5	*434	112	NP	NP	NP	NP	10.000+
30	2	624	77	87,5	*392	112	NP	NP	NP	NP	10.000+
31	2	624	192,5	252	*451,5	*395,5	NP	NP	NP	NP	10.000+
32	2	680	196	238	*469	*455	NP	NP	NP	NP	10.000+
33	2	713,6	189	248,5	*500,5	*430,5	NP	NP	NP	NP	10.000+
34	2	624	210	255,5	*483	*427	262,5	400	725	1,08	10.000+
35	2	528	52,5	52,5	189	52,5	140	1703	193	0,82	10.000+
36	2	432	80,5	101,5	259	147	133	621	370	0,54	10.000+
37	2	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
38	2	400	157,5	*269,5	*161	185,5	126	496	221	0,27	10.000+
39	2	534,4	87,5	171,5	*451,5	276,5	262,5	641	56	1,09	10000+

* Indica separación de la espuma; NT-muestra no sometida a ensayo o datos no disponibles

Ejemplos 62-70 y Ejemplo comparativo C1

5 Las espumas adhesivas sensibles a la presión se prepararon siguiendo el procedimiento del Ejemplo 3 variando cantidades de microesferas poliméricas expansibles mostradas en la Tabla 2. Las temperaturas del extrusor se configuraron a 104 °C, y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 193 °C. Los Ejemplos 62-66 contenían microesferas F100D y los Ejemplos 67-70 contenían microesferas F80SD. El Ejemplo comparativo C1 no contenía microesferas. No se reticuló ninguno de los ejemplos. Los datos de los ensayos de tracción (tensión máxima), elongación y cizallamiento en solapamiento muestran que las propiedades de la espuma se pueden controlar mediante la cantidad de microesferas expansibles, y que la adición de las microesferas aumentó la resistencia de la espuma por encima de la misma composición que no contiene microesferas. El ensayo de cizallamiento en solapamiento utilizado es el mismo que el descrito anteriormente, salvo que la muestra medía 15 2,54 cm x 1,27 cm usando 9,8 N (carga de 1000 g) a 25 °C.

Tabla 2

Ejemplo	EMS Pph	Densidad Kg/m ³	Tensión máxima Kpas	Elong %	Minutos de cizallamiento en solapamiento
62	2	590,6	634,34	1064	122
63	4	445,9	661,92	518	169
64	6	361,5	655,025	515	166
65	8	296	682,605	185	129
66	10	268,1	634,34	169	113
67	2	535,5	524,02	940	122
68	4	400,8	0		148
69	6	293	579,18	283	117
70	8	233,3	730,87	90	83
C1	0	971,7	544,7	1867	82

20 Ejemplo 71

Se preparó una espuma de adhesivo sensible a la presión siguiendo el procedimiento del Ejemplo 28 salvo que se utilizaron 5 pph de microesferas poliméricas expansibles F100D junto con la Composición 2 de masa fundida y se añadió un agente de pegajosidad de hidrocarburo (Foral™85 comercializado por Hercules, Inc. de Wilmington, Delaware). La composición de masa fundida se alimentó al extrusor a una velocidad de 2,9 kg/h y el agente de

pegajosidad se alimentó al extrusor a una velocidad de 1.7 kg/h. Las temperaturas del extrusor se configuraron a 93 °C, y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 177 °C. La espuma resultante tuvo un espesor de aproximadamente 0,38 mm, y posteriormente se reticuló con una dosis de haz de electrones de 80.000 Gy (8 mrad) a una tensión de aceleración de 5E-14 J (300 Kev). La espuma adhesiva se estratificó sobre una lámina retrorreflectante descrita en la patente US-5.450.235 (Smith y col.), incorporada como referencia en la presente memoria en su totalidad.

La lámina retrorreflectante adhesiva se aplicó a temperatura ambiente a un cilindro de polietileno (obtenido de Traffix Devices, Inc. de San Clemente, California). El cilindro se introdujo en un horno a aproximadamente 49 °C durante 3 días. El cilindro se extrajo del horno y se mantuvo a temperatura ambiente durante aproximadamente 24 horas. A continuación, el cilindro se colocó en un camión a aproximadamente -1 °C durante una semana. La lámina con el adhesivo evaluado no mostró ninguna deslaminación ni pandeo del cilindro al finalizar el periodo de prueba.

Coextrusión con inclusiones

Adhesión con despegado

Las muestras de coextrusión con inclusiones se estratificó sobre una pieza de 0,127 mm de espesor de aluminio anodizado. Se recortó una tira de la cinta que medía 1,27 cm por 11,4 cm de la lámina, y se aplicó a un sustrato de acero inoxidable. A continuación, la tira se laminó usando un total de cuatro pasos usando un rodillo metálico de 6,8 kg. Las muestras se envejecieron durante 1 día a 22 °C, humedad relativa de 50%. Tras el envejecimiento, el panel se montó en un modulómetro Instron de forma que la cinta se estiró con un ángulo de 90 grados a una velocidad de 30,5 cm por minuto (12 pulgadas/minuto). Las muestras se sometieron a ensayo en la dirección de la máquina (es decir, la dirección en la que la espuma sale de la boquilla, o MD), siendo la dirección de despegado paralela a los filamentos, y en la dirección perpendicular de la banda (es decir, la dirección perpendicular de flujo o CD), siendo la dirección de despegado perpendicular a los filamentos. Los resultados se determinaron en libras por 1 centímetro (0,5 pulgadas) y se convirtieron a Newton por cm (N/cm).

Tracción y elongación

Este ensayo se realizó según la norma ASTM D412-92 salvo en lo especificado. Se recortó una muestra de la espuma en forma de "hueso de perro" con una anchura de 2,54 cm en la parte central. Los extremos de la muestra se pinzaron en un modulómetro Instron y se separaron a una velocidad de la cruceta de 30,5 cm/min (12 pulgadas por minuto). El ensayo mide la tensión máxima (en libras por pulgada cuadrada que se convirtieron a kilopascales [kPas]), y la cantidad de elongación o deformación máxima (en % de la longitud original).

Resistencia a cizallamiento estático

Una tira de 2,54 cm por 2,54 cm de cinta de espuma adhesiva sensible a la presión se estratificó sobre un panel de acero inoxidable de 0,51 mm de espesor que medía aproximadamente 2,54 cm por 5,08 cm. Un segundo panel del mismo tamaño se colocó sobre la cinta de forma que hubiera un solapamiento de 2,54 cm, y los extremos de los paneles se extendieron opuestamente entre sí. A continuación, la muestra se laminó con un rodillo metálico de 6,8 kg de forma que el área total de contacto del panel fuera de 2,54 cm por 2,54 cm. El panel preparado se acondicionó a temperatura ambiente, es decir, a aproximadamente 22 °C, durante al menos 24 horas. Después, el panel se colgó en un horno a 25 °C y se colocó a 2 grados de la vertical para evitar el modo de fallo por despegado. Una pesa de 1000 gramos se colgó del extremo libre de la muestra. Se registró en minutos el tiempo necesario para que la muestra pesada se cayera del panel. Las muestras de resistencia a cizallamiento estático se sometieron a ensayo hasta el fallo, y cada muestra ensayada mostró un fallo de fractura cohesiva.

Ejemplos 72-84

Se prepararon muestras de espuma que contenían filamentos termoplásticos incluidos mediante extrusión continua realizada con una boquilla de coextrusión específicamente diseñada tal como se describe en la solicitud de patente estadounidense presentada el 30 de julio de 1999 titulada POYMERIC ARTICLES HAVING EMBEDDED PHASES, que cita a s siguientes inventores: Scott G. Norquist, Dennis L. Krueger, Alan J. Sipinen, Robert H. Menzies, Thomas P. Hansch en, Ronald P. Leseman, Sharon N. Mitchell, James C. Nygard, Victor P. Thalacker y Jan Ockeloen, asignada al mismo cesionario que la presente solicitud, y que tiene un número de referencia de apoderado 54324USA4A, que se ha incorporado a la presente memoria por referencia en su totalidad. Un diagrama esquemático de estas muestras se presenta en la Fig. 4. La matriz de espuma continua consistió en Composición 1 de masa fundida con una concentración de IOTG de 0,1% en peso y 2 pph de microesferas expansibles F100D. El adhesivo se añadió a la zona 1 de un extrusor de doble tornillo con mezcla completa Leistritz™ de 34 mm comercializado por American Leistritz Extruder Corp., Somerville, New Jersey, provisto de una bomba de engranajes. Las microesferas se añadieron con un alimentador Gericke (GMD-60) en la zona 9 del extrusor de doble tornillo. El perfil de temperatura del extrusor de doble tornillo fue: zona 1 = 93 °C (200 °F) y zonas 2-12 = 104 °C (220 °F). La configuración de tornillo de este extrusor tuvo dos secciones de amasado antes de la adición de las microesferas, y una sección de amasado después de la adición de las microesferas, mientras que el resto del tornillo eran elementos de transporte. El extrusor de doble tornillo tenía una velocidad de tornillo de 100 rpm, una velocidad de la bomba de engranajes de 7 rpm, y una presión de cabeza de 9,1 MPa (1320 psi) que

proporcionaron caudales de 13,6 kg/h (30 lb/h). El material filamentoso fue un copolímero de polietileno-poliocteno (Engage™ 8200) que se alimentó a la boquilla de coextrusión mediante un extrusor de tornillo simple de 32 mm (1,25 pulgadas) Killion™ (Modelo KTS-125 comercializado por Davis-Standard Killion Systems, Cedar Grove, Nueva Jersey) con un cociente entre la longitud y el diámetro de 24:1 y tres zonas de cilindro, que se hicieron funcionar con un perfil de temperatura de zona 1 - 193 °C (380 °F), zona 2 - 210 °C (410 °F) y zonas 3 y 4 -232 °C (450 °F). El tornillo tenía un elemento de mezclado Saxton con una relación compresión 3:1. El extrusor de 32 mm se hizo funcionar a 10 rpm con una presión de cabeza de 5,1 MPa (740 psi) que proporcionó caudales de 9 Kg/h (2 lb/h). Los filamentos se coextruyeron de forma que quedaron incluidos en la espuma usando una boquilla Cloeren™ bicapa con varios colectores de 45 cm (18 pulg.) de anchura (comercializada como el Modelo 96-1502 de Cloeren Co., Orange, Texas) que se había modificado.

Los vanos se vaciaron tal como se muestra en el documento anteriormente incorporado con número de expediente del apoderado 54324USA4A, y el borde principal, o punta, se recortó para conseguir un colector de vano. La punta del vano tenía orificios circulares, cada uno de ellos con un diámetro de 508 micrómetros (20 milésimas) y, con una separación de 4,1 mm (0,160 pulgadas) y se extendió desde la punta del vano 2,5 mm (0,100 pulgadas) en el interior del flujo de la boquilla. La boquilla se hizo funcionar a 193 °C (380 °F). La espuma se coló sobre un revestimiento de papel a una velocidad de salida de 1,2 m/min (4 fpm) dando como resultado un espesor global de 625 micrómetros (25 milésimas). Posteriormente, las muestras se endurecieron con un haz de electrones usando un instrumento de haz electrónico ESI Electrocare con una tensión de aceleración de 5E-14 J (300 keV) y dosis de 6 megarads.

El Ejemplo 72 se preparó usando las condiciones anteriormente mencionadas con una matriz de espuma que consiste en la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) y 2 pph de F100D. Ningún filamento estuvo presente. Esto se llevó a cabo sin poner en funcionamiento el extrusor satélite KTS-125.

El Ejemplo 73 se preparó siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1, salvo que la concentración de F100D fue 4 pph.

El Ejemplo 74 se preparó en las condiciones anteriormente mencionadas, con una matriz de espuma de la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) con 2 pph de F100D. Los filamentos consistieron en un elastómero de poliolefina Engage 8200 de Dow™ al 10% en peso.

El Ejemplo 75 se preparó en las condiciones anteriormente mencionadas, con una matriz de espuma de la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) con 2 pph de F100D. Los filamentos consistieron en un elastómero de poliolefina Engage 8200 de Dow™ al 20% en peso.

El Ejemplo 76 se preparó en las condiciones anteriormente mencionadas, con una matriz de espuma de la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) con 2 pph de F100D. Los filamentos consistieron en un elastómero de poliolefina Engage 8200 de Dow™ al 30% en peso.

El Ejemplo 77 se preparó en las condiciones anteriormente mencionadas, con una matriz de espuma de la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) con 4 pph de F1000. Los filamentos consistieron en un elastómero de poliolefina Engage 8200 de Dow™ al 10% en peso.

El Ejemplo 78 se preparó en las condiciones anteriormente mencionadas, con una matriz de espuma de la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) con 4 pph de F100D. Los filamentos consistieron en un elastómero de poliolefina Engage 8200 de Dow™ al 20% en peso.

El Ejemplo 79 se preparó en las condiciones anteriormente mencionadas, con una matriz de espuma de la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) con 2 pph de F100D. Los filamentos consistieron en un elastómero termoplástico Kraton D 1107 de Shell al 10% en peso.

El Ejemplo 80 se preparó en las condiciones anteriormente mencionadas, con una matriz de espuma de la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) con 2 pph de F100D. Los filamentos consistieron en un elastómero termoplástico Kraton D 1107 de Shell al 20% en peso.

El Ejemplo 81 se preparó en las condiciones anteriormente mencionadas, con una matriz de espuma de la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) con 2 pph de F1000. Los filamentos consistieron en un elastómero termoplástico Kraton D 1107 de Shell al 30% en peso.

El Ejemplo 82 se preparó en las condiciones anteriormente mencionadas, con una matriz de espuma de la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) con 4 pph de F100D. Los filamentos consistieron en polipropileno Escorene 3445 de Exxon al 10% en peso.

El Ejemplo 83 se preparó en las condiciones anteriormente mencionadas, con una matriz de espuma de la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) con 4 pph de F100D. Los filamentos consistieron en polipropileno Escorene 3445 de Exxon al 20% en peso.

El Ejemplo 84 se preparó en las condiciones anteriormente mencionadas, con una matriz de espuma de la Composición 1 de masa fundida (IOTG=0,1%) con 4 pph de F100D. Los filamentos consistieron en polipropileno Escorene 3445 de Exxon al 30% en peso.

5 *Tabla 3*

Ejemplo n.º	Densidad g/cm ³	Adhesión despegado MD, N/cm	Adhesión despegado CD, N/cm	Cizallamiento estático MD (minutos)	Tensión Máx a rotura KPas)	Elong. Máx a rotura, (%)
72	0,7348	16,5	13,7	88	650	720,0
73	0,6496	13,9	15,3	166	641	546,7
		0	0			
74	0,777	14,5	20,0	98	1055	441,3
75	0,804	9,8	11,0	95	2050	986,7
76	0,8007	8,9	10,4	138	3233	941,7
77	0,6788	16,9	13,5	164	784	720,0
78	0,709	12,2	18,4	233	2245	989,7
		0	0		0	
79	0,7624	10,6	13,6	124	809	823,3
80	0,7948	15,1	15,5		1050	880,0
81	0,7848	12,8	14,0	273	1108	873,3
		0	0		0	
82	0,6449	12,9	11,7	171	1342	4,6
83	0,6785	9,2	19,4	120	3918	7,2
84	0,698	8,8	17,2	193	6260	6,8

Discusión de la Tabla 3 y las Figuras 8-10

10 La Tabla 3 muestra un resumen de los resultado de la densidad, adhesión durante el despegado, resistencia a cizallamiento estático y tracción/elongación para los Ejemplos 72-84. Solamente las muestras de coextrusión con inclusiones no reticuladas se evaluaron para determinar la resistencia al cizallamiento estático. Solamente las muestras reticuladas se evaluaron para determinar la densidad, adhesión durante el despegado, y tracción/elongación.

15 La Fig. 8 muestra la fuerza de despegado aplicada en una dirección (MD) paralela a la dirección del filamento en función del desplazamiento, para los Ejemplos 73, 77 y 78. Esta Figura demuestra que a medida que aumenta el material filamentososo de 0 a 20% en peso, la adhesión durante el despegado permanece esencialmente constante. La Fig. 9 presenta la fuerza de despegado aplicada en una dirección (CD) perpendicular a la dirección del filamento en función del desplazamiento, para los Ejemplos 73, 77 y 78. El Ejemplo 73 no muestra estructura, mientras que el
 20 Ejemplo 77 y 78 muestran un comportamiento totalmente diferente que se caracteriza por una frecuencia y amplitud características. La frecuencia entre máximos en los Ejemplos 77 y 78 es exactamente la distancia entre los filamentos, resaltar que este periodo no cambia con la concentración. Sin embargo, la amplitud entre los mínimos y los máximos cambia de forma importante a medida que aumenta la concentración de filamentos de 10 a 20%. Además, los valores de adhesión en la dirección CD son mayores que en la MD. Así, mediante la manipulación de la
 25 concentración de filamentos y la distancia entre los filamentos, es posible diseñar la conducta de despegado con diferentes calidades, tanto en la dirección paralela como en la dirección perpendicular a la dirección del filamento.

Las Figuras 10 muestran la fuerza de despegado aplicada en una dirección (MD) paralela a la dirección del filamento en función del desplazamiento, para los Ejemplos 72, 79, 80 y 81. Esta Figura demuestra que a medida que aumenta el material filamentososo de 0 a 30% en peso, la adhesión de despegado se reduce ligeramente. La Fig. 11 presenta la fuerza de despegado aplicada en una dirección (CD) perpendicular a la dirección del filamento en función del desplazamiento, para los Ejemplos 72, 79, 80 y 81. El Ejemplo 72 no muestra estructura, mientras que el Ejemplo 79, 80 y 81 muestran un comportamiento totalmente diferente que se caracteriza por una frecuencia y amplitud características. La frecuencia entre máximos en los Ejemplos 79, 80 y 81 es exactamente la distancia entre los filamentos, resaltar que este periodo no cambia con la concentración. Sin embargo, a diferencia de la Figura 9, la amplitud de la fuerza entre los máximos y los mínimos no cambia a medida que la concentración de filamentos aumenta. Por tanto, el tipo de filamento también tiene importancia para determinar las características de la relación matemática entre la fuerza de despegado y el desplazamiento. Sin pretender imponer ninguna teoría, los inventores creen que a medida que las propiedades del filamento son más diferentes de la matriz de espuma, la amplitud entre los máximos y los mínimos aumenta.

30 Otras propiedades únicas que no se pueden obtener mediante un sistema de espuma monocomponente pero que se pueden obtener mediante la coextrusión con inclusiones de estructuras discretas incluidas pueden incluir, por ejemplo, el rasgado manual de la longitud a lo largo y entre los filamentos, el desmontaje al estirar, la mejora en las propiedades de tracción, la adhesión hecha a medida (véanse las Figs. 9 y 11 y la correspondiente descripción).

45

La coextrusión con inclusiones de filamentos termoplásticos en materiales de espuma puede aumentar de forma importante la fuerza de tracción y las propiedades de elongación de los materiales. Estas propiedades se pueden manipular seleccionando el material óptimo para el filamento, así como la concentración de filamentos, para producir propiedades de tracción que varían de alta tensión/baja elongación a baja tensión/elevada elongación. El comportamiento de adhesión en la dirección tanto paralela como perpendicular a la dirección de los filamentos se puede manipular cambiando el material del filamento, la separación entre filamentos, y la concentración de filamentos.

Espuma orientada, Ejemplos 85-92

Se prepararon muestras de espuma de una capa (B) y de tres capas (ABA) como en el Ejemplo 1 anterior, salvo en lo que se indica a continuación. La capa A es una capa de piel adhesiva sensible a la presión no espumada formada usando la Composición 10 de masa fundida. La capa B es una capa espumada formada con la Composición 10 de masa fundida, varios componentes constituidos por mezclas de polímeros termoplásticos, y varias microesferas expansibles comercializada por Pierce Stevens, Buffalo, NY. La capa A tenía aproximadamente 0,06 milímetros (2,5 milésimas) de espesor, y la capa B tenía aproximadamente 1,02 milímetros (40 milésimas) de espesor. Las temperaturas del extrusor se configuraron a 93,3 °C, y las temperaturas de la boquilla y la manguera se configuraron a 176,7 °C. Los componentes de la mezcla termoplástica se añadieron en diferentes concentraciones en la zona 1, la Composición 10 de masa fundida se añadió en la zona 3, y las microesferas expansibles se añadieron en la zona 9. El material adhesivo sensible a la presión de las capas A se alimentó usando un extrusor de tornillo simple (SSE) Bonnot de 5 cm (2").

Tanto la capa A como la capa B se bombearon desde los extrusores a un bloque alimentador multicapa usando una manguera flexible de 1,27 cm (0,5 pulgadas) de DE. Las capas A y B se combinaron en una disposición ABA usando un bloque alimentador de tres capas Cloeren (Cloeren Company, Orange, TX, Modelo: 96-1501) con un tapón selector de ABA. Tras combinar las capas en el bloque alimentador, los materiales se conformaron en una lámina plana usando una boquilla de 25,4 cm (1") de anchura Ultraflex 40 (Extrusion Dies Incorporated, Chippawa Falls, WI). Tanto el bloque de alimentación como la boquilla se hicieron funcionar a temperaturas de aproximadamente 176 °C. La construcción ABA salió de la boquilla y se coló sobre un tambor de colada de acero inoxidable de temperatura controlada mantenido a 7 °C. Tras el enfriamiento, la espuma se transfirió a un revestimiento de polietileno de 0,127 mm de espesor y se recogió en un carrete de película. Las construcciones de espuma de una sola capa se fabricaron desconectando el SSE Bonnot. Las muestras de espuma se orientaron uniaxialmente a una relación en el intervalo de 2,5:1 a 8:1 (es decir, se estiraron en el intervalo de 2,5 a 8 veces su longitud) a temperatura ambiente.

El Ejemplo 85 se preparó usando las condiciones anteriormente mencionadas con una matriz de espuma que consiste en un 80% en peso de la Composición 1 de masa fundida, un 20% de Engage 8200 de Dow y 4 pph de F100D. No había capas de piel adhesiva (es decir, capas A). Las muestras de espuma no reticulada se orientaron uniaxialmente o se estiraron 2,5 veces su longitud original (relación 2,5:1) a temperatura ambiente.

El Ejemplo 86 se preparó siguiendo el procedimiento del Ejemplo 85 salvo que la composición de la matriz de espuma fue el 40% en peso de la Composición 1 de masa fundida, 60% en peso de Engage 8200 de Dow, y 4 pph de F100D.

El Ejemplo 87 se preparó usando las condiciones anteriormente mencionadas con una matriz de espuma que consiste en un 25% en peso de la Composición 10 de masa fundida, un 75% de Kraton D 1107 de Shell y 4 pph de F80SD. No había capas de piel adhesiva. Las muestras de espuma no reticulada se orientaron uniaxialmente a una relación de 8:1 a temperatura ambiente.

El Ejemplo 88 se preparó usando las condiciones anteriormente mencionadas con una matriz de espuma que consiste en un 50% en peso de la Composición 10 de masa fundida, un 50% de Elvax 260 de DuPont y 4 pph de F80SD. Estaban presentes capas de piel de Composición 10 de masa fundida (ABA). Las muestras de espuma no reticulada se orientaron uniaxialmente a una relación de 2,8:1 a temperatura ambiente.

El Ejemplo 89 se preparó siguiendo el procedimiento del Ejemplo 88 salvo que la composición de la matriz de espuma fue el 50% en peso de la Composición 10 de masa fundida, 50% en peso de Elvax 260 de DuPont, y 6 pph de F80SD. Estas muestras tuvieron una elongación mínima y no se pudieron orientar a temperatura ambiente.

El Ejemplo 90 se preparó siguiendo el procedimiento del Ejemplo 88 salvo que la composición de la matriz de espuma fue el 50% en peso de la Composición 10 de masa fundida, 50% en peso de Elvax 260 de DuPont, y 9 pph de F80SD. Estas muestras tuvieron una elongación mínima y no se pudieron orientar a temperatura ambiente.

El Ejemplo 91 se preparó usando las condiciones anteriormente mencionadas con una matriz de espuma que consiste en un 50% en peso de la Composición 10 de masa fundida, un 50% de Kraton D 1107 de Shell y 4 pph de F80SD. Estaban presentes capas de piel de Composición 10 de masa fundida (ABA). Las muestras de espuma no reticulada se orientaron uniaxialmente a una relación de 6:1 a temperatura ambiente.

El Ejemplo 92 se preparó siguiendo el procedimiento del Ejemplo 91 salvo que la composición de la matriz de espuma fue el 50% en peso de la Composición 10 de masa fundida, 50% en peso de Kraton D 1107 de Shell, y

6 pph de F80SD. Estaban presentes capas de piel de Composición 10 de masa fundida (ABA). Las muestras se orientaron uniaxialmente a una relación de 6:1 a temperatura ambiente.

Tabla 4

5

Ejemplo n.º	Densidad, g/cm ³	Tipo/relación de orientación	Densidad final, g/cm ³
85	0,5249	LO-2,5:1	0,4518
86	0,523	LO-2,5:1	0,33
87	0,3382	LO-8:1	0,3489
88	0,3907	LO-2,75:1	0,3605
89	0,3067	No se puede orientar	-
90	0,2231	No se puede orientar	-
91	0,3552	LO-6:1	0,3835
92	0,2933	LO-6:1	0,3136

Reticulación térmica, Ejemplos 93-96

10 En el Ejemplo 93, 100 partes de la Composición 10 de masa fundida se mezclaron con 2 partes de microesferas expansibles F80 y 5 partes del agente de reticulación N,N,N',N tetrakis(2-hidroxiethyl) adipamida (comercializado como Primid XL-552 por EMS Chemie) y se extruyó a través de una boquilla, a una temperatura inferior a la temperatura de activación del reticulante, hasta un espesor de aproximadamente 1 mm. La espuma resultante tuvo una pequeña cantidad de partículas de gel, pero no inhibió la formación y la extrusión de la espuma. La espuma se estratificó sobre una recubrimiento desprendible revestido con silicona, y se enfrió. Un segundo recubrimiento desprendible revestido de silicona se estratificó sobre el adhesivo, y el material laminado se horneó en un horno configurado a 177 °C durante 30 minutos. Tras enfriar, las muestras se sometieron al ensayo de adhesión con despegado a 90° según el ensayo anteriormente descrito, salvo que las muestras se aplicaron a un sustrato metálico recubierto con pintura de automóviles DCT5002, y el envejecimiento se varió de la siguiente forma. Resultados de ensayo en Newton/decímetro tras el envejecimiento:

20 20 minutos a 22 °C - 37,8 N/dm
 3 días a 22 °C - 90,0 N/dm
 3 días a 100 °C/100% de humedad - 186,3 N/dm
 25 3 días a 70 °C - 565 N/dm

30 En los Ejemplos 94-96, los adhesivos se prepararon según el procedimiento del Ejemplo 93, salvo que los agentes de reticulación y las composiciones utilizadas fueron las siguientes:

En el Ejemplo 94, 50,7 gramos de Composición 10 de masa fundida, 1,1 gramos de microesferas expansibles F80, y 5 gramos de éter de diglicidilo de bisfenol A (comercializado como Epon™828 por Shell Chemical Co.).

35 En el Ejemplo 95, 39 gramos de Composición 10 de masa fundida, 0,8 gramos de microesferas expansibles F80, 4 gotas de un epóxido cicloalifático (comercializado como SarCat K126 por Sartomer), 1 gota de tris-2,4,6-(dimetilaminometil)fenol (comercializado como K-54 por Anchor Corp).

40 En el Ejemplo 96, 39,2 gramos de Composición 10 de masa fundida, 0,8 gramos de microesferas expansibles F80, 0,1 gramos de N,N,N',N tetrakis(2-hidroxiethyl)adipamida disuelta en 2 gotas de agua.

Otras realizaciones se incluyen en las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una espuma de polímero que comprende una matriz de polímero y una pluralidad de microesferas poliméricas expansibles, pudiéndose obtener dicha espuma de polímero mediante
- 10 a) mezclado en fundido de una composición de polímero y una pluralidad de microesferas poliméricas expansibles en las condiciones de proceso, que incluyen temperatura, medición y velocidad de cizallamiento, seleccionadas para formar una composición extrudible expansible;
- 15 b) extrudir la composición a través de una boquilla para formar una espuma de polímero;
- 20 c) en donde la mayoría de las microesferas poliméricas expansibles están al menos parcialmente expandidas antes de que la composición de polímero salga de la boquilla.
- 25 2. La espuma de polímero según la reivindicación 1 en donde la totalidad de las microesferas poliméricas expansibles está al menos parcialmente expandida antes de que la composición de polímero salga de la boquilla.
- 30 3. La espuma de polímero según la reivindicación 1 o 2 que es una espuma adhesiva.
- 35 4. La espuma de polímero según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en donde el polímero es un polímero o copolímero adhesivo de acrilato o metacrilato.
- 40 5. Un artículo que comprende la espuma de polímero según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4.
6. El artículo según la reivindicación 5 que es un artículo adhesivo.
7. Un método para preparar una espuma de polímero según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 que comprende
- (a) mezclado en fundido de una composición de polímero y una pluralidad de microesferas, una o más de las cuales es una microesfera polimérica expansible,
- en las condiciones de proceso, que incluyen temperatura, presión y velocidad de cizallamiento, seleccionadas para formar una composición extrudible expansible;
- (b) extrudir la composición a través de una boquilla para formar una espuma de polímero; y
- (c) expandir al menos parcialmente la mayoría de las microesferas poliméricas expansibles antes de que la composición de polímero salga de la boquilla.

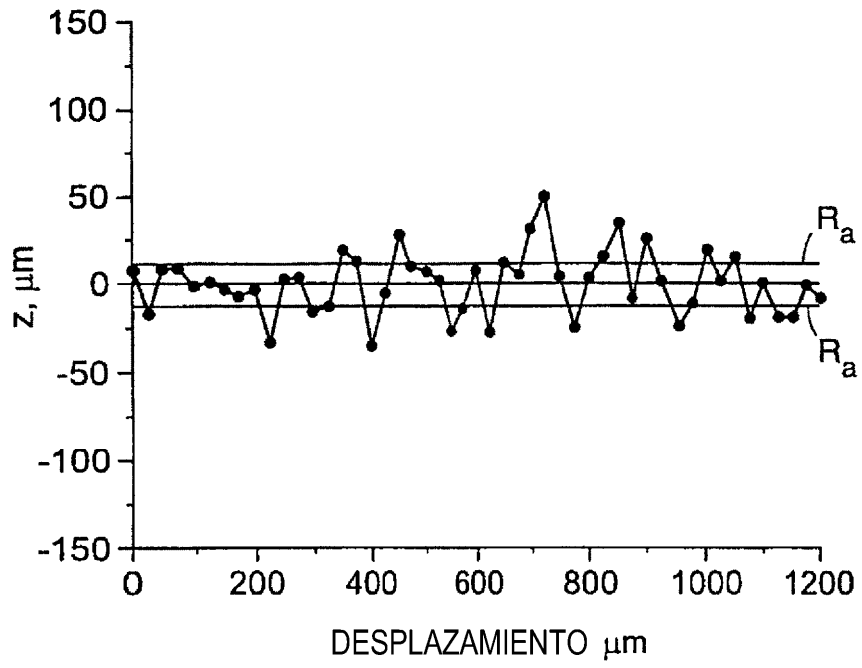


Fig. 1a

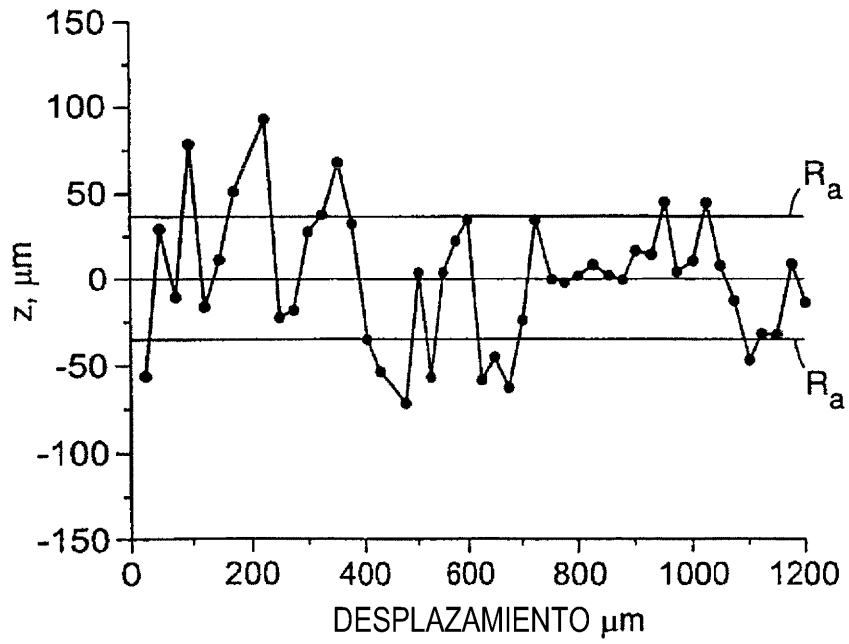


Fig. 2a

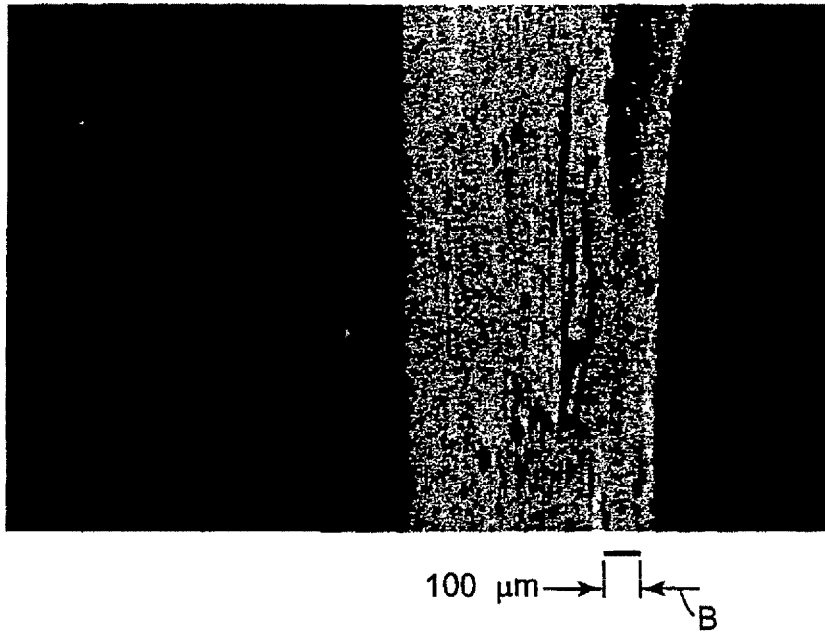


Fig. 1b

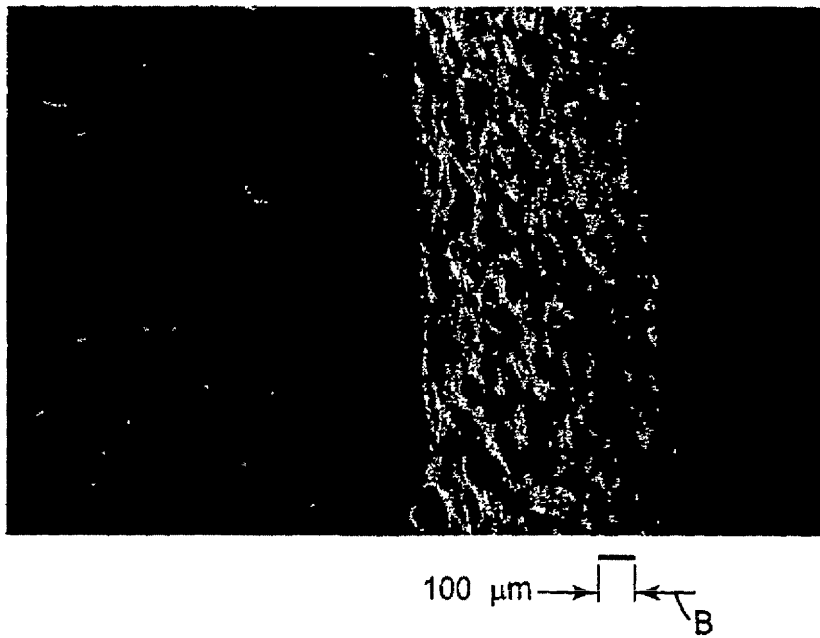


Fig. 2b

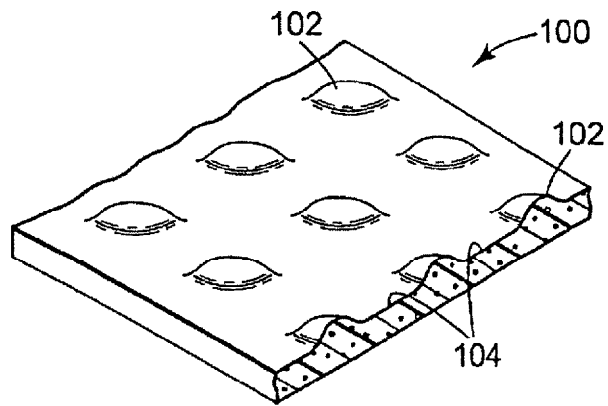


Fig. 3

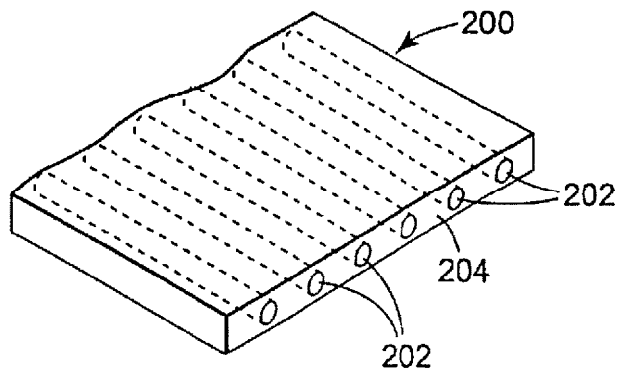


Fig. 4

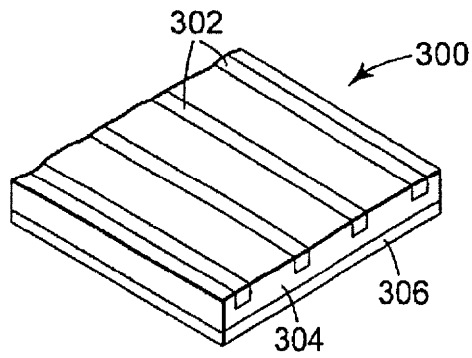


Fig. 5

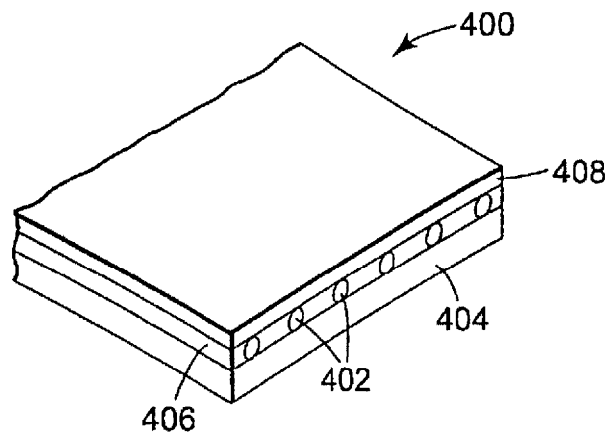


Fig. 6

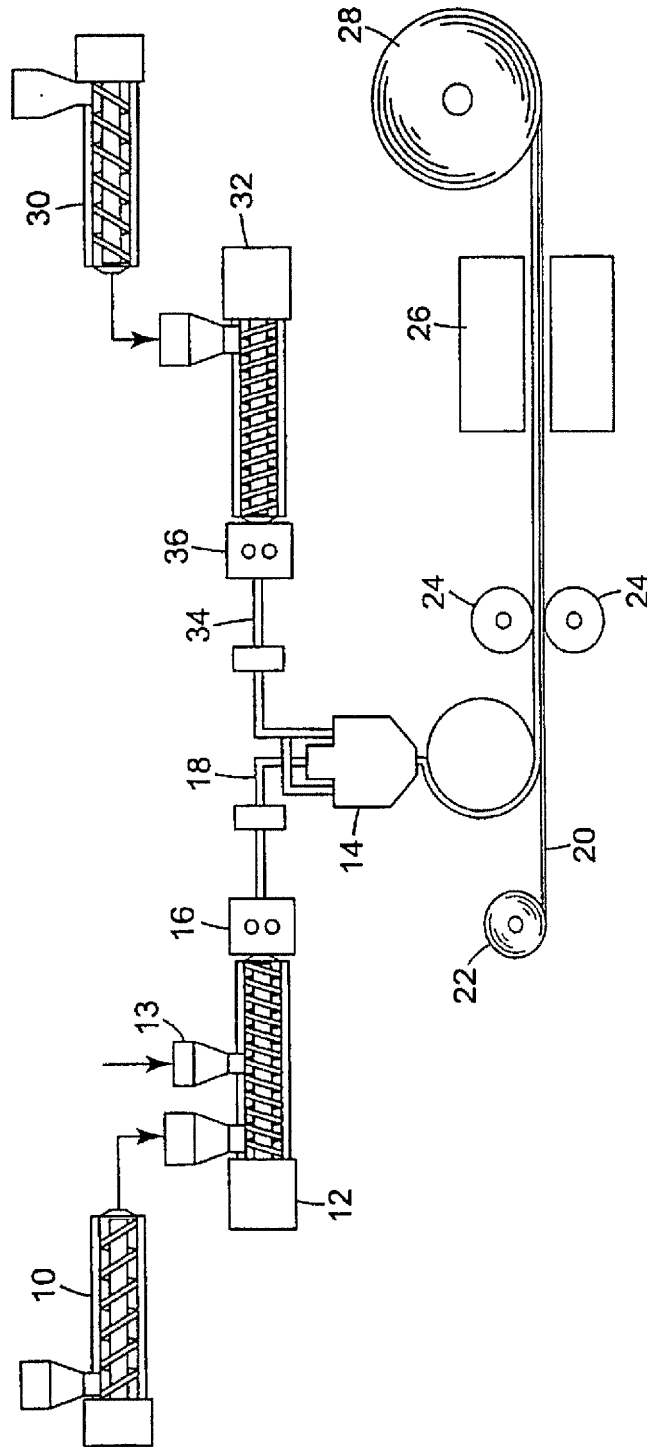


Fig. 7

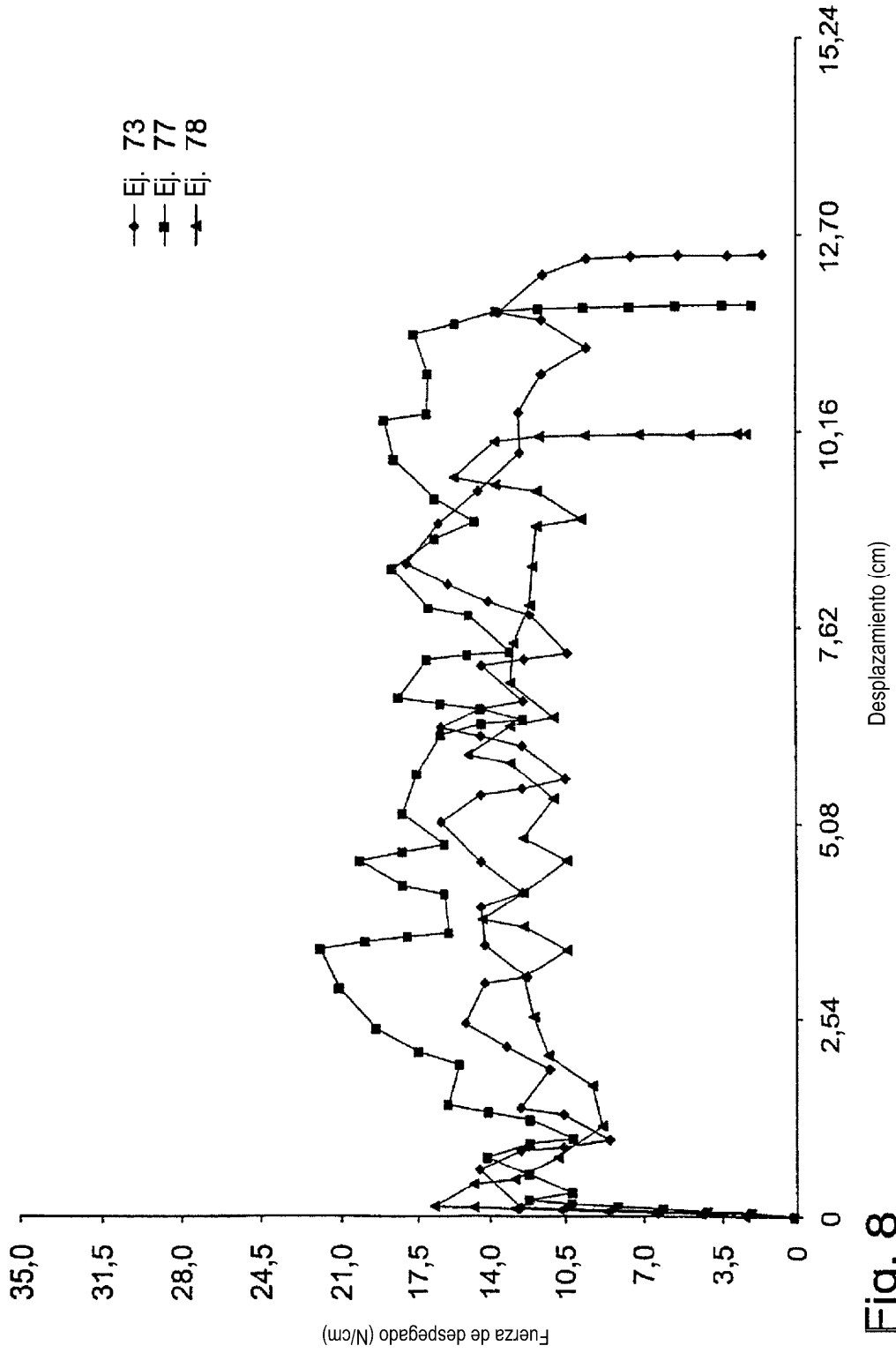


Fig. 8

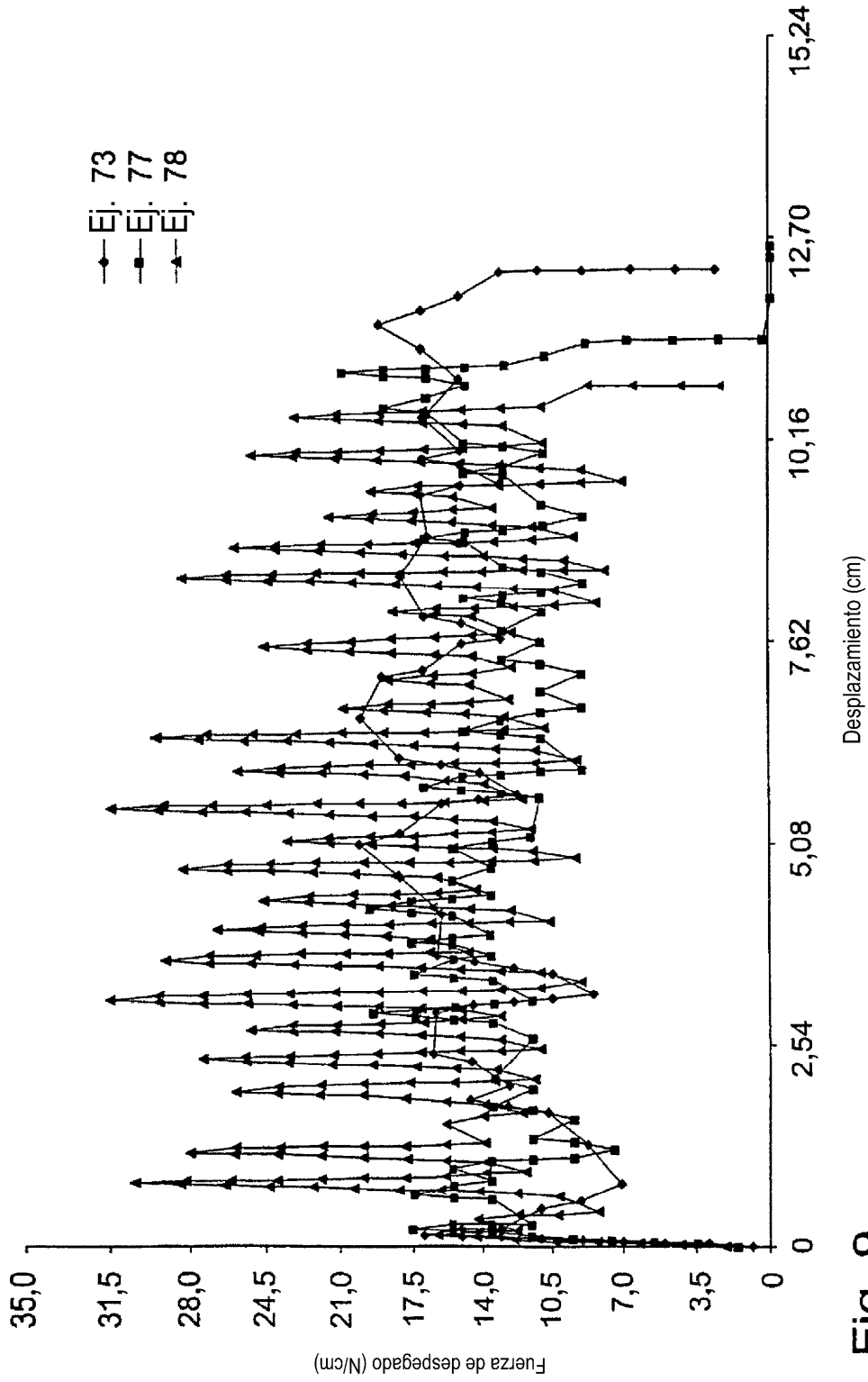


Fig. 9

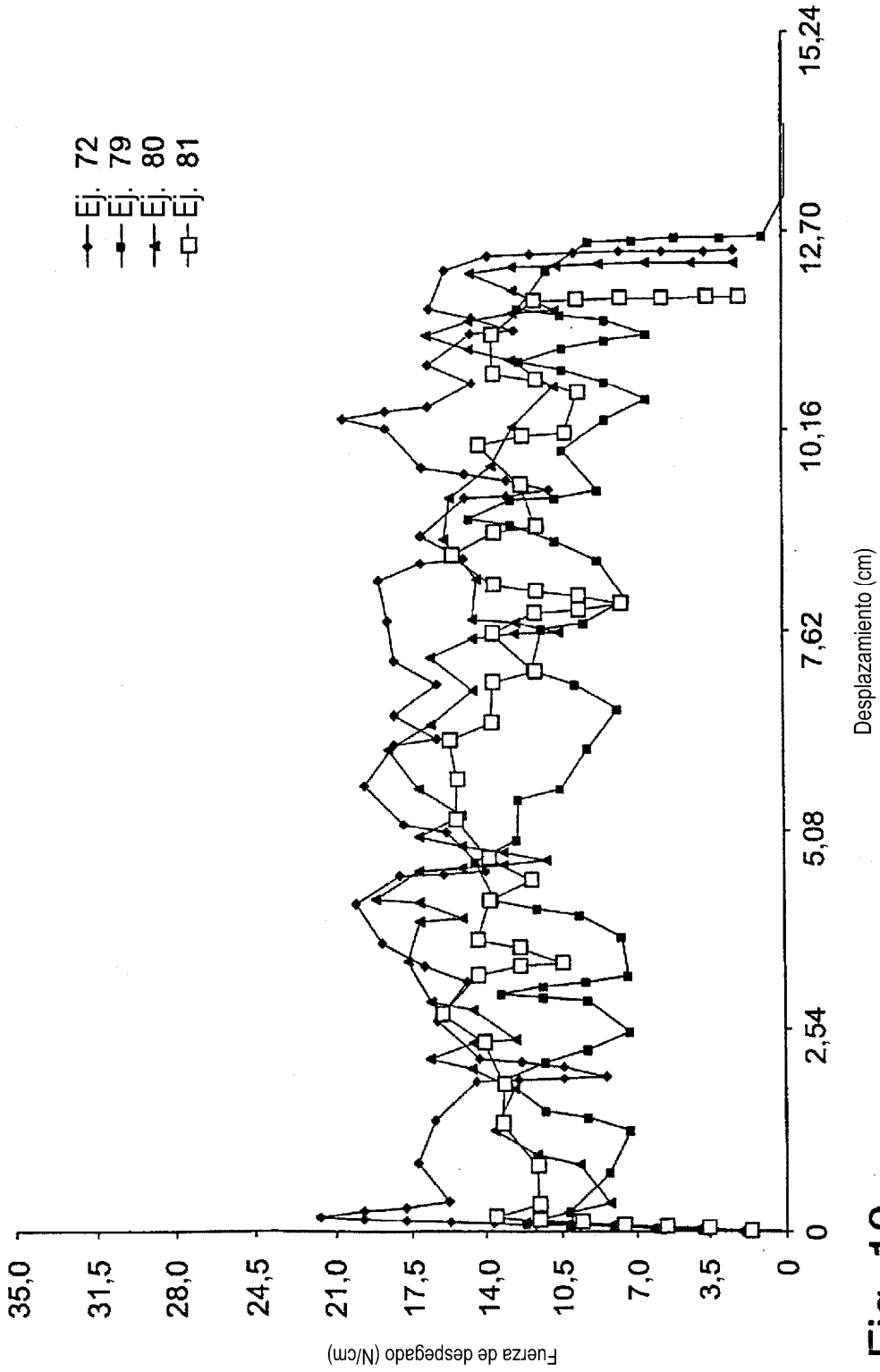


Fig. 10

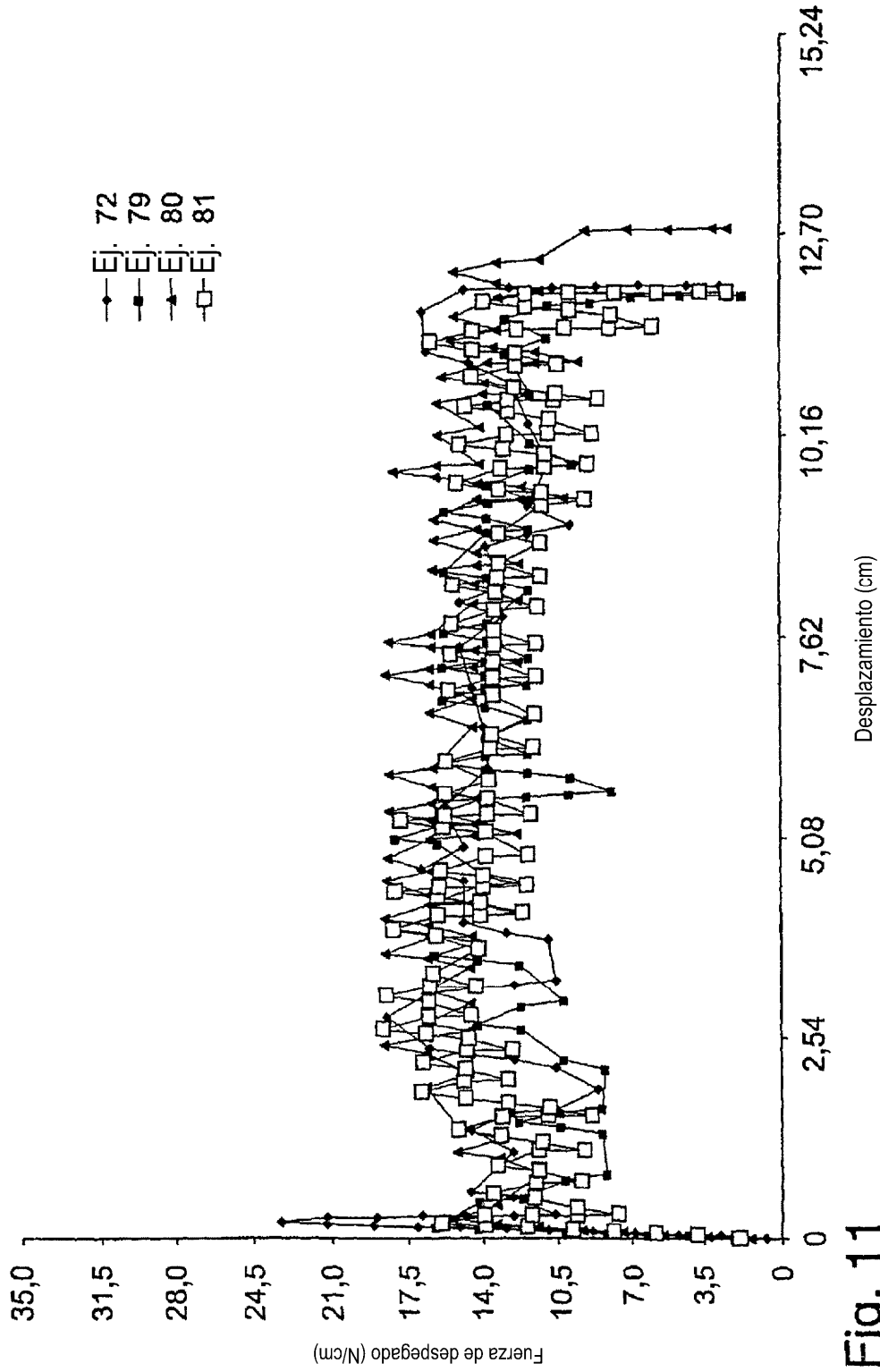


Fig. 11

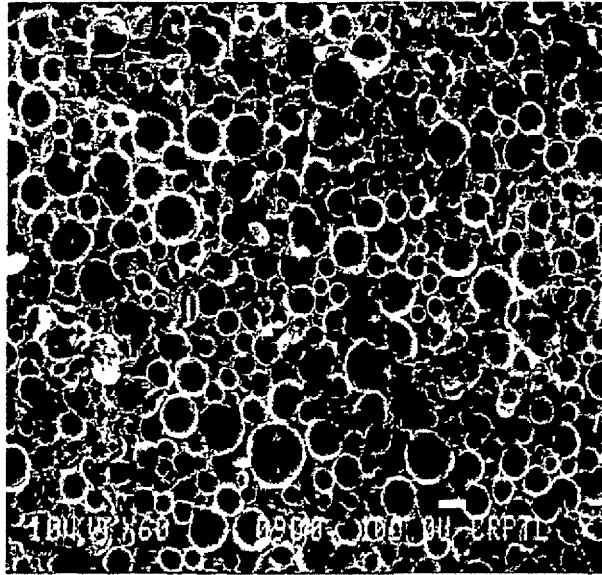


Fig. 12a

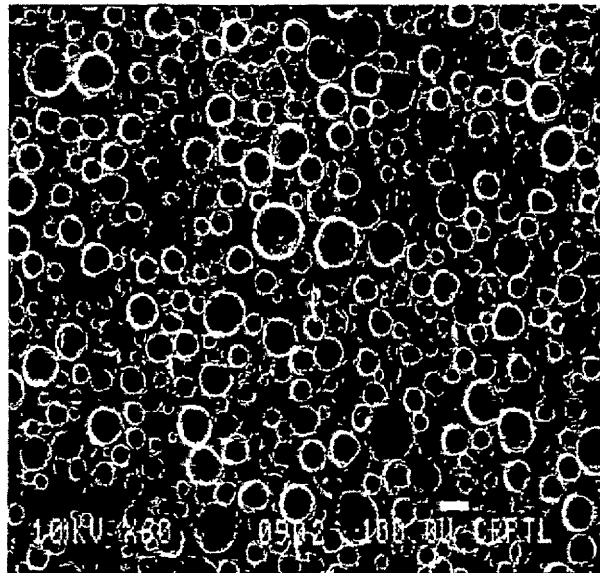


Fig. 12b

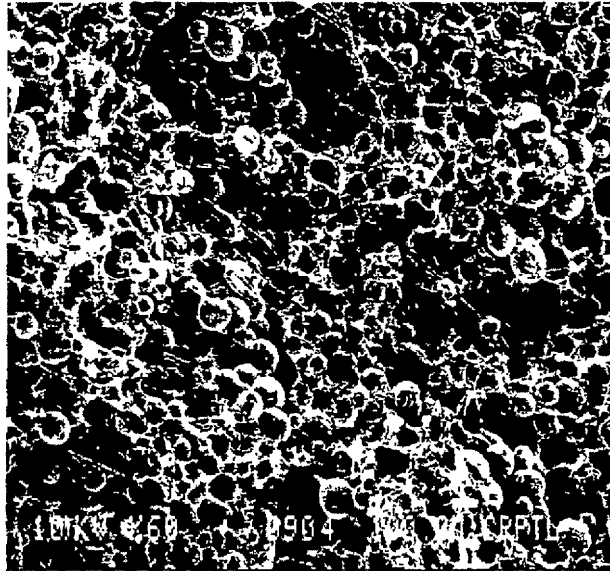


Fig. 12c

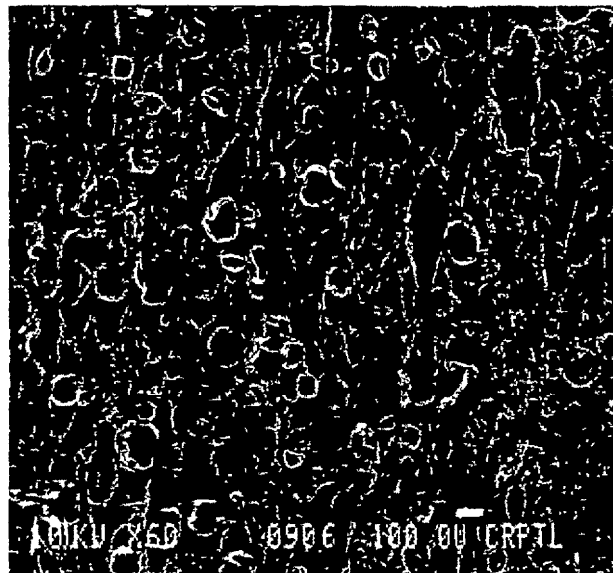


Fig. 12d

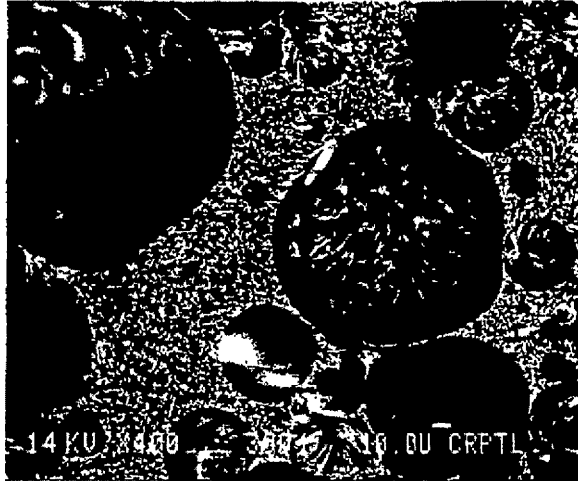


Fig. 13a



Fig. 13b