



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

**ESPAÑA** 



11) Número de publicación: 2 555 000

51 Int. Cl.:

**C08J 9/12** (2006.01) **C08J 9/30** (2006.01)

(12)

# TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

**T3** 

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 19.11.2013 E 13193534 (8)
 (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 28.10.2015 EP 2735585

(54) Título: Método de producción de espuma

(30) Prioridad:

21.11.2012 US 201261728932 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 28.12.2015

(73) Titular/es:

SEALED AIR CORPORATION (US) (100.0%) 200 Riverfront Boulevard Elmwood Park, NJ 07407, US

(72) Inventor/es:

MAHON, WILLIAM J y RUDDY, HENRY J

(74) Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 555 000 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**

Método de producción de espuma

5 La materia objeto desvelada actualmente se refiere a métodos de producción de espuma (es decir, plástico celular), por ejemplo, espuma producida usando uno o más reactantes producidos de forma sostenible.

#### **Antecedentes**

Se conoce que se produce espuma a partir de una mezcla de reactivos de uno o más polioles y uno o más isocianatos, por ejemplo como se desvela en el documento de Patente de Estados Unidos Nº 6.034.197. Los sistemas adecuados para preparar y/o dispensar tales espumas se describen, por ejemplo, en los documentos de Patente de Estados Unidos con números 5.186.905; 5.255.847; 5.950.875; 6.811.059; 6.929.193; y 6.996.956. Sin embargo, en algunos casos puede ser deseable preparar espumas sin la necesidad de usar reactivos de isocianato, tales como los usados en la formulación de espumas de poliuretano.

Por ejemplo, se describe un método de preparación de una espuma a partir de aceite de haba de soja epoxidado acrilado en: Laetitia M. Bonnaillie y Richard P. Wool, "Thermosetting Foam with a High Bio-Based Content from Acrylated Epoxidized Soybean Oil and Carbon Dioxide", Journal of Applied Polymer Science, Vol. 105, 1042-1052 (2007).

#### Sumario

20

30

35

40

45

Una o más realizaciones de la materia objeto desvelada actualmente puede abordar uno o más de los problemas mencionados anteriormente.

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un método de preparación de una espuma a partir de una resina polimerizable, refiriéndose la expresión resina polimerizable a moléculas reactivas que tienen tres o más sitios de insaturación etilénica que participan en la formación de enlaces covalentes durante la polimerización por radicales libres para formar moléculas mayores que comprenden múltiplos de las moléculas reactivas, comprendiendo el método: (i) proporcionar un iniciador activado térmicamente que tiene una temperatura de iniciación dada, que es la temperatura correspondiente a una vida media de diez horas del iniciador usando disolvente benceno de concentración 0,2 M, o equivalente, y una temperatura promovida dada, que es la temperatura correspondiente a una vida media de diez horas del iniciador usando disolvente benceno de concentración 0.2 M, o equivalente, en presencia de cualquier promotor en la misma proporción en peso en términos de partes en peso de promotor con respecto a partes en peso por millón de iniciador, que se usa en el método, en el que la temperatura del iniciador es menor que la temperatura de iniciación; (ii) proporcionar una solución de temperatura elevada que comprende una cantidad dada de la resina polimerizable y dióxido de carbono, y opcionalmente promotor, en el que la temperatura de la solución de temperatura elevada es mayor que la temperatura promovida; (iii) combinar a una presión de mezcla el iniciador de la etapa (i) con la solución de la etapa (ii) para formar una mezcla que tiene una temperatura superior a la temperatura promovida; (iv) expandir la mezcla por disminución de la presión de la mezcla por debajo de la presión de mezcla para crear una espuma que comprende una pluralidad de celdas formadas por el dióxido de carbono que se expande fuera de la solución; y (v) curar la resina polimerizable dentro de la espuma para crear una matriz solidificada que reviste la pluralidad de células.

En un segundo aspecto, la solución de temperatura elevada de la etapa (ii) del primer aspecto comprende además un correactante, preferentemente en el que el correactante comprende un acrilato.

En un tercer aspecto, la presión de mezcla del primer o segundo aspecto es al menos 690 kPa (100 psig), preferentemente al menos una cualquiera de 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (200, 300, 350, 500, y 800 psig).

En un cuarto aspecto, la temperatura del iniciador de la etapa (i) de cualquier aspecto precedente es como máximo 45 °C, preferentemente como máximo una cualquiera de 40, 35, 25, y 20 °C y la temperatura de la solución de temperatura elevada de la etapa (ii) es al menos 25 °C, preferentemente al menos una cualquiera de 35, 50, 75, 100, 120, 150, y 175 °C.

En un quinto aspecto, la etapa de combinación (iii) de cualquier aspecto precedente se produce en una cámara de mezcla; y la etapa de expansión (iv) de cualquier aspecto precedente se produce por descarga de la mezcla de la etapa (iii) en una cámara de dispensación, que comprende además preferentemente descargar la espuma de la cámara de dispensación, que comprende además más preferentemente purgar el residuo de la mezcla de la cámara de mezcla y el residuo de la espuma de la cámara de dispensación.

En un sexto aspecto, la etapa de combinación (iii) de cualquier aspecto precedente comprende hacer incidir una corriente del iniciador de la etapa (i) con una corriente de la solución de la etapa (ii).

65

60

En un séptimo aspecto, la etapa de provisión (i) de cualquier aspecto precedente comprende proporcionar una solución de temperatura inferior que comprende: una cantidad complementaria de la resina polimerizable; el iniciador activado térmicamente que tiene la temperatura de iniciación dada y la temperatura promovida dada; y dióxido de carbono, en la que la temperatura de la solución de temperatura inferior es inferior a la temperatura de iniciación del iniciador; y la etapa de combinación (iii) de cualquier aspecto precedente comprende combinar la solución de temperatura inferior y la solución de temperatura elevada para formar la mezcla que tiene la temperatura superior a la temperatura promovida, preferentemente en la que: la solución de temperatura elevada se proporciona a una presión de al menos 690 kPa (100 psig), preferentemente una cualquiera de al menos 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (200, 300, 350, 500, y 800 psig); la solución de temperatura inferior se proporciona a una presión de al menos 690 kPa (100 psig), preferentemente una cualquiera de al menos 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (200, 300, 350, 500, y 800 psig); la etapa de combinación (iii) se produce en una cámara de mezcla; y la etapa de expansión (iv) se produce en una cámara de dispensación que tiene una presión de menos de 690 kPa (100 psig), que comprende más preferentemente descargar la espuma de la etapa (iv) de la cámara de dispensación para crear la espuma de la etapa (v) fuera de la cámara de dispensación.

15

10

En un octavo aspecto, el método de cualquier aspecto precedente se lleva a cabo de forma continua.

En un noveno aspecto, la etapa de combinación (iii) de cualquier aspecto precedente se produce de forma intermitente.

20

40

50

55

60

65

En un décimo aspecto, la resina polimerizable de cualquier aspecto precedente comprende un triglicérido que tiene la funcionalidad acrilato.

En un undécimo aspecto, el iniciador activado térmicamente de cualquier aspecto precedente comprende un 25 peróxido.

En un duodécimo aspecto, la solución de temperatura inferior de cualquiera del séptimo al décimo aspectos comprende además un correactante, preferentemente en la que el correactante comprende un acrilato.

30 En un decimotercer aspecto, la etapa de combinación (iii) de cualquiera del séptimo al duodécimo aspectos comprende hacer incidir una corriente de la solución de temperatura inferior con una corriente de la solución de temperatura elevada.

En un decimocuarto aspecto, la solución de temperatura elevada de la etapa (ii) de cualquier aspecto precedente comprende uno o más promotores.

En un decimoquinto aspecto, la solución de temperatura elevada del séptimo aspecto se proporciona a una presión de al menos 690 kPa (100 psig), preferentemente una cualquiera de al menos 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (200, 300, 350, 500, y 800 psig); la solución de temperatura inferior se proporciona a una presión de al menos 690 kPa (100 psig), preferentemente una cualquiera de al menos 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (200, 300, 350, 500, y 800 psig); la etapa de combinación (iii) se produce en una cámara de mezcla; y la etapa de expansión (iv) se produce por descarga de la mezcla de la cámara de mezcla a una presión de menos de 690 kPa (100 psig).

Estos y otros objetivos, ventajas, y características de la materia objeto desvelada actualmente se comprenderá y entenderá con mayor facilidad por referencia a la descripción detallada y las figuras.

## Breve descripción de las figuras

La Figura 1 es un diagrama esquemático representativo de una realización de la materia objeto desvelada actualmente:

la Figura 2 es un diagrama esquemático representativo de una realización alternativa de la materia objeto desvelada actualmente;

la Figura 3 es una vista en sección de elevación lateral representativa de una realización de un dispositivo 30 de la materia objeto desvelada actualmente; y

la Figura 4 es un diagrama esquemático representativo de un método alternativo no de acuerdo con la invención.

Diversos aspectos de la materia objeto desvelada en el presente documento se describen por referencia a las figuras. Con fines de simplicidad, se pueden usar numerales semejantes para referirse a elementos semejantes, similares, o correspondientes de diversas figuras. Las figuras y la descripción detallada no pretenden limitar la materia objeto reivindicada a la forma particular desvelada.

## Descripción detallada

Diversas realizaciones de la materia objeto desvelada actualmente se refieren a métodos de preparación de espuma. En varias realizaciones, se combina un iniciador activado térmicamente con una solución que comprende una resina polimerizable y dióxido de carbono disuelto en la resina polimerizable, opcionalmente con un

#### correactante.

20

25

45

#### Resina polimerizable

- "Resina polimerizable", como se usa en el presente documento, se refiere a moléculas reactivas que tienen tres o más sitios de insaturación etilénica que participan en la formación de enlaces covalentes durante la polimerización por radicales libres (es decir, tienen una funcionalidad de tres o más) para formar moléculas mayores que comprenden múltiplos de las moléculas reactivas.
- La resina polimerizable puede tener un contenido de biocarbono de al menos un 50 %, por ejemplo al menos un 70 %, donde el porcentaje de biocarbono se define como 100 x (número de átomos de carbono bioderivados / número total de átomos de carbono), donde los átomos de carbono bioderivados derivan de fuentes biológicas.
- La resina polimerizable puede comprender uno o más de cualquiera de triacrilato y tetraacrilato. Triacrilato es una molécula que tiene tres sitios con funcionalidad acrilato. Tetraacrilato es una molécula que tiene cuatro sitios con funcionalidad acrilato. Algunos triacrilatos y tetraacrilatos útiles incluyen, por ejemplo, uno o más de triacrilato de trimetilolpropano, triacrilato de trimetilolpropano etoxilado, tetraacrilato de pentaeritritol, tetraacrilato de pentaeritritol etoxilado, triacrilato poliéster, tetraacrilato poliéster, ácidos grasos y/o ésteres de ácidos grasos que tienen funcionalidad acrilato, y mono, di, y/o triglicéridos que tienen funcionalidad acrilato.
  - La resina polimerizable puede comprender un triglicérido que tiene funcionalidad acrilato, por ejemplo, triglicérido epoxidado acrilado. Algunos triglicéridos que tienen funcionalidad acrilato útiles pueden comprender triglicéridos derivados de plantas, tales como uno o más de cualquiera de aceite de haba de soja, aceite de linaza, aceite de ricino, aceite de algodón, aceite de maíz, aceite de girasol, aceite de palma, aceite de cacahuete, aceite de colza, aceite de oliva, y aceite de canola. Algunos triglicéridos que tienen funcionalidad acrilato útiles pueden comprender triglicéridos derivados de animales, tales como aceite de pescado.
- Como se conoce en la técnica, los sitios reactivos (por ejemplo, los dobles enlaces de carbono en las cadenas de ácido graso) de un triglicérido se pueden epoxidar para crear sitios epoxidados, que a continuación se pueden acrilar (es decir, hacer reaccionar con ácido acrílico, ácido metacrílico, acrilato, o metacrilato), para crear, por ejemplo, un triglicérido epoxidado acrilado, por ejemplo aceite de haba de soja epoxidado acrilado (AESO) o aceite de linaza epoxidado acrilado (AELO). Algunos triglicéridos que tienen funcionalidad acrilato útiles, tales como AESO, se desvelan, por ejemplo, en el documento de Solicitud Patente Internacional PCT/US2011/61915 de Speer et al.
- Como se usa en el presente documento, "acrilato" incluye acrilatos, metacrilatos, y moléculas que tienen combinaciones de funcionalidades acrilato y metacrilato. "Funcionalidad acrilato" incluye la funcionalidad proporcionada por cualquiera de los restos acrilato y metacrilato. "Restos acrilato" incluye restos acrilato y metacrilato. Como se usa en este contexto, "funcionalidad acrilato" se refiere al número de restos acrilato en una molécula de triglicérido. Algunos triglicéridos que tienen funcionalidad acrilato útiles para su uso como resina polimerizable pueden tener una funcionalidad acrilato de una cualquiera de 3, al menos 3, y 4.
  - La resina polimerizable puede comprender resina de poliéster insaturado con insaturación etilénica que es resultado de los ácidos y/o anhídridos maleico, fumárico, y/o itacónico. La resina polimerizable puede comprender resinas novolac epoxidadas acriladas.
  - La resina polimerizable puede comprender moléculas que tienen una funcionalidad de tres en una cantidad que al menos cualquiera de un 50, 60, 70, 80, 90, y 95 %; y/o como máximo cualquiera de un 99, 95, 90, 80, 70, y 60 %, basado en el peso de la resina polimerizable.
- La resina polimerizable puede comprender moléculas que tienen una funcionalidad de cuatro en una cantidad de al menos cualquiera de un 5, 10, 15, 20, 30, 40, y 50 %; y/o como máximo cualquiera de un 60, 50, 40, 30, 20, 15, y 10 %, basado en el peso de la resina polimerizable.
- La resina polimerizable puede comprender triglicéridos que tienen funcionalidad acrilato en una cantidad de al menos cualquiera de un 50, 60, 70, 80, 90, y 95 %; y/o como máximo cualquiera de un 99, 95, 90, 80, 70, y 60 %, basado en el peso de la resina polimerizable.

## Correactantes

Un "correactante" es una molécula que tiene dos o menos sitios de insaturación etilénica que participan en la formación de enlaces covalentes durante la polimerización por radicales libres de la resina polimerizable (es decir, tiene una funcionalidad de dos o uno). El correactante puede ser un diluyente reactivo, es decir, un correactante que puede actuar para disminuir la viscosidad de una solución que comprende la resina polimerizable (es decir, actúa como disolvente o diluyente para la resina polimerizable). Se puede seleccionar un correactante para mejorar una o más características de la resina polimerizable curada, tales como resistencia a la tracción, resistencia a la compresión, tenacidad, y/o modulo.

Algunos correactantes útiles comprenden uno o más de estireno, alfa-metil estireno, vinil tolueno, ftalato de dialilo, isoftalato de dialilo, maleato de dialilo, y acrilato.

El correactante puede comprender acrilato, es decir, uno o más de monoacrilato y diacrilato. El correactante puede comprender monoacrilato, es decir, moléculas que tienen un único sitio con funcionalidad acrilato. Algunos monoacrilatos útiles incluyen uno o más de acrilato de iso-bornilo, monoacrilato de alcohol graso (por ejemplo, acrilato de laurilo), monoacrilatos de ciclohexilo, monoacrilatos de fenol etoxilado (por ejemplo, acrilato de nonilfenol con cuatro moles de etoxilación), epoxi acrilatos (por ejemplo, metacrilato de glicidilo), y ésteres de ácidos grasos acrilados.

10

- El correactante puede comprender diacrilato, es decir, moléculas que tienen dos sitios con funcionalidad acrilato. Algunos diacrilatos útiles incluyen, por ejemplo, uno o más de diacrilatos de polietilenglicol, diacrilatos de bisfenol A, diacrilatos derivados de aceite vegetal, y poliéster diacrilatos.
- Algunos diacrilatos de polietilenglicol útiles incluyen diacrilato de PEG 200, diacrilato de PEG 400, y diacrilato de PEG 1000, donde los números representan el peso molecular promedio del segmento de PEG.
  - Algunos diacrilatos de polipropilenglicol útiles incluyen diacrilato de dipropilenglicol, y diacrilato de tripropilenglicol.
- Algunos diacrilatos de bisfenol A útiles incluyen diacrilato de bisfenol A etoxilado, tal como los que tienen 2, 3, y 4 o más moles de etoxilación, y que incluyen diacrilatos de bisfenol y dimetacrilatos de bisfenol A.
- Algunos poliéster diacrilatos útiles incluyen segmentos de poliéster que comprenden restos alifáticos y aromáticos. Cuando se desea una espuma más rígida, se pueden elegir segmentos de poliéster que tengan una temperatura de transición vítrea (Tg) que sea mayor que la temperatura ambiente. De forma similar, cuando se desea una espuma más flexible se pueden seleccionar segmentos de poliéster con una Tg menor que la temperatura ambiente. Los poliéster acrilatos preferentes pueden incluir contenido de biocarbono, por ejemplo a través de la inclusión de segmentos de poli(ácido láctico).
- La cantidad de correactante con respecto a la resina polimerizable puede ser al menos una cualquiera de 5, 6, 7, 8, 10, 12, 15, 17, y 20 partes en peso del correactante; y/o como máximo una cualquiera de 90, 80, 70, 60, 55, 50, 40, y 30 partes en peso del correactante con respecto a 100 partes en peso de la resina polimerizable.
- El correactante puede comprender una cantidad de acrilato (por ejemplo, una cantidad de uno cualquiera de uno o más de monoacrilato y/o diacrilato) de al menos, y/o como máximo, cualquiera de 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 95, y 99 %, basado en el peso del correactante. El correactante puede comprender monoacrilato, por ejemplo, de al menos cualquiera de un 1, 5, 10, 15, y 20 %; y/o como máximo cualquiera de un 40, 30, 20, 10, y 5 %, basado en el peso del correactante. El correactante puede comprender una cantidad de diacrilato, por ejemplo, de al menos cualquiera de un 6, 7, 8, 10, 12, 15, 17, y 20 %; y/o como máximo cualquiera de un 60, 55, 50, 40, 30, 20, y 10 %, basado en el peso del correactante.

#### Dióxido de carbono

La solución que comprende resina polimerizable comprende dióxido de carbono disuelto en la resina polimerizable.

La solubilidad del dióxido de carbono en la resina polimerizable aumentará por lo general con el aumento de presión.

Se pueden incorporar uno o más gases adicionales con el dióxido de carbono en el método, por ejemplo, nitrógeno y/o agua.

#### Iniciador

50

- El iniciador activado térmicamente (es decir, "iniciador") es un agente usado como fuente de radicales libres para iniciar la reacción de polimerización de la resina polimerizable. Un iniciador activado térmicamente es el que se descompone térmicamente para producir los radicales que inician la reacción de polimerización. La vida media de un iniciador se caracteriza por el tiempo requerido para reducir la concentración original de iniciador de una solución en un 50 %, a una temperatura dada. Como se usa en el presente documento, la "temperatura de iniciación" de un iniciador activado térmicamente es la temperatura que corresponde a una vida media de diez horas del iniciador usando un disolvente de benceno (concentración 0,2 M) o equivalente. Por ejemplo, la temperatura de iniciación del peróxido de dilauroílo (es decir, sin promotor) es 62 °C.
- Se pueden usar opcionalmente uno o más promotores (también conocidos como aceleradores) para aumentar la actividad del iniciador. Como se usa en el presente documento, la "temperatura promovida" de un iniciador activado térmicamente es la temperatura que corresponde a una vida media de diez horas del iniciador usando disolvente de benceno (concentración 0,2 M) o equivalente, en presencia del promotor en la misma proporción en peso (partes en peso de promotor con respecto a partes por millón en peso de iniciador) que se usa en el método. Si no se usa ningún promotor en el método, entonces la "temperatura promovida" es la misma temperatura que la "temperatura de iniciación".

Algunos iniciadores activados térmicamente útiles incluyen uno o más de compuestos azoicos y peróxidos orgánicos, tales como uno o más de cualquiera de peróxidos de diacilo (tales como peróxido de dilauroílo o peróxido de dibenzoílo), peróxidos de dialquilo (tales como peróxido de dicumilo), peróxido de terc-butilo y benzoílo, peroxiésteres, peroxidicarbonatos, hidroperóxidos, peroximonocarbonatos, peroxicetales, y peróxido de metil etil cetona. Algunos peróxidos útiles y sus correspondientes temperaturas de vida media de diez horas se desvelan, por ejemplo, en los documentos de Patente de Estados Unidos con números 4.143.099 de Duncan y 4.607.087 de Moriya et al.

El iniciador activado térmicamente puede comprender más de un tipo de iniciador activado térmicamente, por ejemplo, un primer iniciador activado térmicamente y un segundo iniciador activado térmicamente, donde la temperatura de iniciación del primer iniciador es menor que la del segundo iniciador, por ejemplo, menor en cualquiera de los siguientes: 10 °C, 20 °C, y 30 °C.

La cantidad del iniciador activado térmicamente puede ser al menos, y/o como máximo, una cualquiera de 0,1, 0,5, 1, 1,5, 2, 3, 4, y 5 partes en peso de iniciador activado térmicamente con respecto a 100 partes en peso de la resina polimerizable.

Se pueden usar uno o más promotores (también conocidos como aceleradores) en combinación con el iniciador. Algunos promotores útiles incluyen sales de metales de transición y aminas terciarias, tales como aminas terciarias aromáticas tales como N-(2-hidroxiletil)-N-metil-p-toluidina. Las cantidades útiles del promotor varían entre al menos cualquiera de 100, 200, y 300 partes en peso de promotor por partes por millón en peso de iniciador; y/o como máximo cualquiera de 1,200; 1,000; 800; y 500 partes en peso de promotor por partes por millón en peso de iniciador.

#### 25 Componentes adicionales

20

35

55

60

65

El método puede comprender opcionalmente incorporar uno o más componentes adicionales a cualquiera de las soluciones y/o mezclas.

30 Se pueden incorporar opcionalmente uno o más tensioactivos a cualquiera de las soluciones y/o mezclas de los métodos. Algunos tensioactivos útiles incluyen cualquiera de uno o más de polisiloxanos (es decir, tensioactivos de silicona y polisiloxano etoxilado), ácidos grasos etoxilados, sales de ácidos grasos, alcoholes grasos etoxilados, sales de alcoholes grasos sulfonados, y etoxilatos de sorbitán de ésteres de ácidos grasos (por ejemplo, polisorbatos disponibles en Croda con el nombre comercial Tween).

La cantidad de tensioactivo puede ser al menos una cualquiera de 0,01, 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, y 0,4 partes en peso de tensioactivo, y/o como máximo cualquiera de 3, 1, 0,7, y 0,4 partes en peso de tensioactivo, con respecto a 100 partes en peso de la resina polimerizable.

Se pueden incorporar opcionalmente uno o más aditivos a cualquiera de las soluciones y/o mezclas de los métodos. Algunos aditivos útiles incluyen uno o más de cualquiera de un agente de nucleación y/o refuerzo (por ejemplo, material celulósico tal como fibras de celulosa, pulpa de madera, papel en polvo, almidón, arcillas naturales y arcillas intercaladas modificadas, y nanopartículas), retardante de llama (por ejemplo, ATH), modificador de envejecimiento (por ejemplo, éster de ácido graso, amida de ácido graso, hidroxil amida), pigmento, colorante, antioxidante, estabilizante, fragancia, y agente enmascarador del olor. El agente de nucleación puede ayudar en el control del tamaño de las celdas de la espuma. El estabilizante puede mejorar la estabilidad dimensional de la espuma. Algunos estabilizantes a modo de ejemplo incluyen amidas y ésteres de ácidos grasos C(10-24), estearil estearamida, gliceromonoestearato, monobehenato de glicerol, y monoestearato de sorbitol.

#### 50 Fabricación de la espuma

En una realización de un método de preparación de la espuma (Figura 1), se proporciona una solución de temperatura elevada 10, por ejemplo, desde el recipiente de acondicionamiento 12, teniendo la solución de temperatura elevada una cantidad dada de la resina polimerizable y dióxido de carbono, opcionalmente junto con correactante y/o promotor. La temperatura de la solución de temperatura elevada es mayor que la temperatura promovida (definida anteriormente) del iniciador activado térmicamente 14, que se puede proporcionar por separado. Por ejemplo, la temperatura de la solución de temperatura elevada puede ser al menos una cualquiera de 25, 35, 50, 75, 100, 120, 150, y 175 °C. La solución de temperatura elevada se puede preparar en el recipiente de acondicionamiento 12 a presión elevada, por ejemplo, una presión de al menos una cualquiera de 690, 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (100, 200, 300, 350, 500, y 800 psig). Los componentes de la solución de temperatura elevada se mezclan preferentemente lo suficiente para distribuir y dispersar los componentes usando métodos conocidos por los expertos en la materia. Por ejemplo, los componentes se pueden mezclar en una solución por agitación en un recipiente de mezcla o extrusión en una mezcladora por extrusión. El dióxido de carbono se puede infundir a la solución usando un infusor. Cuando el método incorpora el uso de un promotor, se puede proporcionar la temperatura de la solución de temperatura elevada hacia el extremo inferior del intervalo proporcionado anteriormente.

El iniciador activado térmicamente 14 se proporciona a una temperatura menor que su temperatura de iniciación (definida anteriormente). Por ejemplo, el iniciador se puede proporcionar a una temperatura de como máximo cualquiera de 20, 25, 35, 40, y 45 °C. La solución de temperatura elevada 10 y el iniciador activado térmicamente 14 se pueden combinar en una cámara de mezcla 16 a una presión de mezcla de, por ejemplo, al menos una cualquiera de 690, 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (100, 200, 300, 350, 500, y 800 psig), para formar una mezcla resultante que tiene una temperatura mayor que la temperatura promovida del iniciador activado térmicamente, por ejemplo, a una temperatura de mezcla de una cualquiera de al menos 10, 20, 30, 40, 50, y 60 °C mayor que la temperatura promovida del iniciador activado térmicamente. Como resultado, la reacción de curado comienza después de la mezcla, por ejemplo, en la cámara de mezcla 16.

10

15

En otra realización del método (Figura 2), el iniciador activado térmicamente se puede proporcionar, por ejemplo, desde el recipiente de acondicionamiento 18 como un componente de una solución de temperatura inferior 20 que comprende una cantidad complementaria de la resina polimerizable y dióxido de carbono, y opcionalmente con correactante. La temperatura de la solución de temperatura inferior es menor que la temperatura de iniciación del iniciador. Por ejemplo, la solución de temperatura inferior se puede proporcionar a una temperatura de como máximo cualquiera de 20, 25, 35, 40, y 45 °C. La solución de temperatura inferior se puede preparar en el recipiente de acondicionamiento 18 a presión elevada, por ejemplo, una presión de al menos una cualquiera de 690, 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (100, 200, 300, 350, 500, y 800 psig), usando cualquiera de las técnicas descritas anteriormente con respecto a la solución de temperatura elevada.

20

25

La solución de temperatura elevada 10 y la solución de temperatura inferior 20 se pueden combinar a una presión de mezcla de, por ejemplo, al menos una cualquiera de 690, 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (100, 200, 300, 350, 500, y 800 psig), por ejemplo en la cámara de mezcla 16 para formar una mezcla resultante que tiene una temperatura mayor que la temperatura promovida del iniciador activado térmicamente, por ejemplo, a una temperatura de mezcla de una cualquiera de al menos 10, 20, 30, 40, 50, y 60 °C mayor que la temperatura promovida del iniciador activado térmicamente. Como resultado, la reacción de curado comienza después de la mezcla, por ejemplo, en la cámara de mezcla 16.

30

La etapa de combinar la solución de temperatura elevada 10 y el iniciador activado térmicamente 14 (o la solución de temperatura inferior 20) se puede producir en la cámara de mezcla 16. Por ejemplo, se puede hacer incidir o atrapar una corriente del iniciador 14 con una corriente de la solución de temperatura elevada 10 (Figura 1). También a modo de ejemplo, se puede hacer incidir o atrapar una corriente de la solución de temperatura inferior 20 con una corriente de la solución de temperatura elevada 10 (Figura 2).

35

Simultáneamente o poco después de la mezcla, la mezcla resultante 26 se expande para crear una espuma 22, por ejemplo, mediante una reducción repentina de la presión. La mezcla se puede expandir a la espuma por expansión, por ejemplo, desde una cualquiera de las presiones de mezcla enumerada en los párrafos previos, hasta una presión menor que la presión de mezcla, por ejemplo, la presión atmosférica ambiente. La presión se puede reducir en al menos cualquiera de las siguientes: 690, 1380, 2070, 2760, 3450 y 5520 kPa (100, 200, 300, 400, 500, y 800 psi).

40

Una "espuma" es la mezcla expandida en el período inicial del proceso de curado (es decir, el proceso de polimerización) que comprende la resina polimerizable, correactantes, y otros componentes y una pluralidad de celdas dentro de la mezcla creadas por el dióxido de carbono y otros gases que han salido de la solución o se han vaporizado en respuesta a la disminución de la presión. La espuma existe antes de que se haya completado el curado.

45

50

La etapa de expansión de la mezcla resultante 26 para crear la espuma 22 se puede producir por descarga de la mezcla directamente desde la cámara de mezcla 16 en condiciones ambiente (no ilustradas), o alternativamente por descarga de la mezcla en una cámara de dispensación 24. En el último caso, la espuma 22 se puede descargar a continuación desde la cámara de dispensación 24 para permitir que el proceso de curado transcurra hasta completarse y crear la espuma fuera de la cámara de dispensación.

55

La resina polimerizable junto con cualquiera de los correactantes de la espuma se cura para crear una matriz solidificada que rodea o reviste la estructura celular de la pluralidad de celdas para crear la espuma. Cuando el iniciador activado térmicamente comprende un primer iniciador activado térmicamente que activa a una primera temperatura de iniciación menor que una segunda temperatura de iniciación de un segundo iniciador activado térmicamente, entonces la temperatura de la mezcla o espuma se puede elevar de forma controlada para ayudar a controlar la velocidad de la reacción de curado, así como prolongar potencialmente la reacción de curado. Por lo general, el curado es exotérmico, de modo que la temperatura del sistema aumentará por lo general después del inicio de la reacción de curado.

60

En una realización de la materia objeto desvelada actualmente, la Figura 3 ilustra un dispositivo 30 para preparar y dispensar espuma 22. El puerto de entrada 32 proporciona un puerto de entrada para la solución de temperatura elevada, por ejemplo, desde su recipiente de acondicionamiento (no se ilustra). El puerto de entrada 34 proporciona un puerto de entrada para el iniciador activado térmicamente o la solución de temperatura inferior (que comprende iniciador) desde su recipiente de acondicionamiento (no se ilustra). El flujo de la solución de temperatura elevada se

puede controlar mediante la válvula 36; y el flujo del iniciador o la solución de temperatura inferior se puede controlar mediante la válvula 38. La solución de temperatura elevada puede fluir desde el puerto de entrada 32 que se controla mediante la válvula 36 a través del conducto 40 hasta y a través del puerto de entrada 44 de la cámara de mezcla para entrar en la cámara de mezcla 16. El iniciador o la solución de temperatura inferior puede fluir desde el puerto de entrada 34 que se controla mediante la válvula 38 a través del conducto 42 hasta y a través del puerto de entrada 44 de la cámara de mezcla para entrar en la cámara de mezcla 16. Aunque se ilustra como un puerto de entrada 44 individual de la cámara de mezcla, alternativamente cada uno de los conductos 40 y 42 pueden tener un puerto de entrada independiente (no se ilustra) en la cámara de mezcla 16.

- La válvula de varilla 46 de la cámara de mezcla se puede mover dentro de la cámara de mezcla 16 desde una posición abierta, como se muestra en la Figura 3, en la que el puerto de entrada 44 está abierto, hasta una posición cerrada (no se ilustra) en la que el puerto de entrada 44 está cerrado. En la posición cerrada, la válvula de varilla 46 se puede extender hasta la salida 48 de la cámara de mezcla 16. El movimiento de la válvula de varilla de la cámara de mezcla se puede controlar mediante un accionador (no se ilustra). En la posición abierta, la válvula de varilla 16 se retira de modo que no bloquea el puerto de entrada a 44 de modo que las corrientes de los conductos 40 y 42 pueden entrar en y mezclarse con y/o incidir entre sí en la cámara de mezcla 16. En la posición cerrada, la válvula de varilla 16 se extiende para cubrir y bloquear (es decir, cerrar), el puerto de entrada 44 de modo que no haya ningún flujo de material desde los conductos 40 y 42.
- La cámara de mezcla 16 está en comunicación fluida con la cámara de dispensación 24 a través de la salida 48. El tamaño de la salida 48 de la cámara (por ejemplo, un puerto de salida) se selecciona para restringir el flujo de la mezcla desde la cámara de mezcla 16 y para retener una presión elevada dentro de la cámara de mezcla 16 en virtud del flujo restringido. A medida que la mezcla pasa a través de la salida 48, la presión disminuye, por ejemplo hasta menos de la presión de mezcla, por ejemplo menos de 690 kPa (100 psig), por ejemplo hasta la presión atmosférica ambiente. Cuando la válvula de varilla 44 de la cámara de mezcla se extiende hasta la posición cerrada, la válvula de varilla puede bloquear la salida 48.
- La válvula de varilla 50 de la cámara de dispensación se puede mover dentro de la cámara de dispensación 24 desde una posición abierta, como se muestra en la Figura 3, en la que la salida 48 está abierta, hasta una posición cerrada (no se ilustra) en la que la salida 44 esta cerrada. En la posición cerrada, la válvula de varilla 50 de la cámara de dispensación se puede extender hasta el puerto de salida 52 de la cámara de dispensación 24. El movimiento de la válvula de varilla 50 de la cámara de dispensación se puede controlar mediante un accionador (no se ilustra). En la posición abierta, la válvula de varilla 50 se retira de modo que no bloquea la salida 48 de la cámara de mezcla de modo que la mezcla de la cámara de mezcla puede fluir desde la cámara de mezcla 16 a través de la salida 48 a la cámara de dispensación 24, donde se puede expandir en una espuma. En la posición cerrada, la válvula de varilla 50 se extiende para cubrir y bloquear (es decir, cerrar) la salida 48 de la cámara de modo que no haya ningún flujo de material desde la cámara de mezcla.
- El residuo de la mezcla 26 de la cámara de mezcla 16 y el residuo de la espuma 22 de la cámara de dispensación 24 se pueden purgar, por ejemplo, purgar mecánicamente mediante la extensión de la válvula de varilla 44 de la cámara de mezcla (por ejemplo, hasta la posición cerrada) y la extensión de la válvula de varilla 50 de la cámara de dispensación (por ejemplo, hasta la posición cerrada), respectivamente, para empujar el residuo desde la cámara respectiva.
- En operación, el dispositivo 30 se puede mover a través de un ciclo de mezcla/dispensación y un ciclo de terminación para producir espuma en cantidades deseadas bajo demanda. Por ejemplo, durante el ciclo de mezcla/dispensación, la válvula de varilla 46 de la cámara de mezcla está en la posición abierta y la válvula de varilla 50 de la cámara de dispensación está en la posición cerrada, de modo que la solución de temperatura elevada y el iniciador (o la solución de temperatura inferior que comprende el iniciador) pueden fluir a la cámara de mezcla 16 para incidir y mezclarse entre sí y crear una mezcla a una presión de mezcla relativamente mayor, y fluir a través de la salida restringida 48 a la cámara de dispensación 24 para expandirse a la presión relativamente inferior (es decir, menor que la presión de mezcla) de la cámara de dispensación 24 donde la mezcla se expande para crear una espuma 22 que fluye hacia el exterior por la salida 52 a medida que la espuma se expande.
- Después de un tiempo apropiado, el dispositivo se mueve al ciclo de terminación, en el que la válvula de varilla 46 de la cámara de mezcla se mueve a la posición cerrada, para purgar la cámara de mezcla de modo que el resto de la mezcla 26 de la cámara de mezcla 16 se mueve (por ejemplo, se empuja) desde la cámara de mezcla 16 a través de la salida 48. La válvula de varilla 50 de la cámara de dispensación se mueve a continuación a la posición cerrada para purgar la cámara de dispensación 24 empujando el resto de la espuma desde la cámara de dispensación 24 al exterior por el puerto de salida 52 de la cámara de dispensación.
  - La espuma sale del dispositivo 30 donde se cura en el exterior del dispositivo 30 para crear la espuma que tiene una matriz solidificada que reviste una pluralidad de celdas. Para comenzar el ciclo de nuevo, la válvula de varilla 50 de la cámara de dispensación se mueve a la posición abierta y la válvula de varilla 46 de la cámara de mezcla se mueve a la posición cerrada.

Algunas cámaras, puertos, válvulas de varilla, y equipo relacionado útiles para mezclar y dispensar corrientes de reactantes de compuestos químicos en la fabricación de espuma se desvelan, por ejemplo, en los documentos de Patente de Estados Unidos con números 5.186.905 de Bertram et al.; 5.950.875 de Lee et al.; 6.811.059 de Piucci et al.; y 6.996.956 de Sperry et al.

5

10

En un método alternativo de preparación de espuma (Figura 4) no de acuerdo con la presente invención, se proporciona una solución 60 que comprende la resina polimerizable, el iniciador activado térmicamente, y dióxido de carbono, opcionalmente junto con correactantes y/o promotor. La solución 60 se puede preparar por mezcla de los componentes en la cámara de mezcla 16 a una presión elevada, por ejemplo, una presión de al menos una cualquiera de 690, 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (100, 200, 300, 350, 500, y 800 psig). Los componentes de la solución se mezclan preferentemente lo suficiente para distribuir y dispersar los componentes usando métodos conocidos por los expertos en la materia. Por ejemplo, los componentes se pueden mezclar en una solución por agitación en un recipiente de mezcla o extruir en una mezcladora de extrusión. El dióxido de carbono y los demás gases se pueden infundir en la solución usando un infusor.

15

20

La solución 60 se proporciona a una temperatura menor que la temperatura promovida del iniciador. Por ejemplo, la solución se puede proporcionar a una temperatura de como máximo cualquiera de 20, 25, 35, 40, y 45 °C. La solución 60 se expande para crear una espuma que comprende una pluralidad de celdas formadas por dióxido de carbono que se expande fuera de la solución, por ejemplo, mediante una reducción repentina de la presión. La solución se puede expandir a la espuma por expansión, por ejemplo, desde una cualquiera de las presiones elevadas enumeradas en los párrafos previos, hasta una presión menor que la presión elevada, por ejemplo, la presión atmosférica ambiente. La presión se puede reducir en al menos cualquiera de las siguientes: 690, 1380, 2070, 2760, 3450 y 5520 kPa (100, 200, 300, 400, 500, y 800 psi). La expansión de la solución se produce en una cámara de dispensación 24 a la presión reducida, por ejemplo, una presión de menos de 690 kPa (100 psig) o a presión atmosférica ambiente.

25

30

Simultáneamente o poco después de la expansión, la espuma 22 se expone a radiación de microondas en la estación 62 para calentar la espuma por encima de la temperatura promovida del iniciador. Esto inicia la reacción de curado de la resina polimerizable y los correactantes opcionales dentro de la espuma para crear una espuma que tiene una matriz solidificada que reviste la pluralidad de celdas. La etapa de exposición a la radiación de microondas se produce mediante irradiación de microondas directamente hacia una corriente de la espuma a medida que la corriente pasa a través de la perforación de una cubierta. La espuma se puede dispensar desde la cámara de dispensación para crear una espuma fuera de la cámara de dispensación. La estación de microondas puede comprender un horno microondas, de modo que la espuma se puede hacer pasar a través del horno microondas.

35

Con cualquiera de las realizaciones, la fabricación de la espuma se puede producir de forma relativamente continua. Alternativamente, la fabricación de la espuma se puede producir intermitentemente, por ejemplo, por combinación de porciones graduales de la solución de temperatura elevada con el iniciador o la solución de temperatura inferior, de modo que la fabricación se realice para producir solo las porciones deseadas de la espuma "bajo demanda".

40

# Espuma

45

La espuma resultante (es decir, plástico celular) puede tener una densidad de como máximo, y/o al menos, una cualquiera de 4, 8, 16, 24, 32, 40, 48, 64, 96 y 112 kg/m³ (0,25, 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5, 3,0, 4,0, 6,0, y 7,0 libras por pie cúbico (pcf). Para aplicaciones de envasado protector (por ejemplo, amortiguación), son preferentes densidades inferiores. A menos que se indique otra cosa, la densidad de la espuma que se usa en el presente documento es la densidad aparente medida de acuerdo con la norma ASTM D1622-08.

50

La espuma resultante puede tener una resistencia a la comprensión con una tensión del 50 % de al menos cualquiera de las siguientes: 3,4, 5,5, 6,9, 10,3, 13,8 y 17,2 kPa (0,5, 0,8, 1,0, 1,5, 2,0, y 2,5 psi), por ejemplo desde un 10 hasta un 50 % de compresión. Como se usa en el presente documento, la resistencia a la compresión se mide de acuerdo con la norma ASTM 1621-00, que se modifica por referencia a una tensión del 50 %.

55

La espuma puede tener una configuración, por ejemplo, de cualquiera de una lámina, tablón, losa, bloque, tablero, y forma moldeada. La espuma se puede usar para una cualquiera o más de relleno, bloqueo o refuerzo, aislamiento térmico, amortiguación, aislamiento acústico o amortiguación de vibración.

60

En realizaciones preferentes, las mezclas usadas para preparar la espuma están exentos de reactantes de isocianato, tales como los que se usan en la formulación de espumas de poliuretano, de modo que la espuma final de la presente divulgación está exenta de isocianatos o de restos de isocianato.

65

Cualquier intervalo de valor numérico enumerado en el presente documento incluye todos los valores desde el valor inferior hasta el valor superior en incrementos de una unidad con la condición de que exista una separación de al menos 2 unidades entre cualquier valor inferior y cualquier valor superior. A modo de ejemplo, si se indica que la cantidad de un componente o un valor de una variable de proceso (por ejemplo, temperatura, presión, tiempo) puede variar de cualquiera de 1 a 90, 20 a 80, o 30 a 70, o ser cualquiera de al menos 1, 20, o 30 y/o como máximo 90, 80,

o 70, entonces se pretende que los valores tales como 15 a 85, 22 a 68, 43 a 51, y 30 a 32, así como al menos 15, al menos 22, y como máximo 32, se enumeren expresamente en la presente memoria descriptiva. Para valores que son menos de uno, se considera que una unidad es 0,0001, 0,001, 0,01 o 0,1 según sea apropiado. Estos son solo ejemplos de lo que se pretende específicamente y se ha de considerar que todas las posibles combinaciones de valores numéricos entre el valor más bajo y el valor más alto enumerados se indican expresamente en la presente solicitud de una forma similar.

Las descripciones anteriores son las de realizaciones preferentes de la invención. Se pueden realizar diversas alteraciones y cambios sin apartarse de la invención como se define en las reivindicaciones. Excepto en las reivindicaciones y los ejemplos específicos, o donde se indique expresamente de otro modo, todas las cantidades numéricas en la presente descripción que indican cantidades de material, condiciones de reacción, condiciones de uso, pesos moleculares, y/o número de átomos de carbono, y similares, se ha de entender que se modifican con la palabra "aproximadamente" en la descripción del alcance más amplio de la invención. Cualquier referencia en singular a un artículo en la divulgación o un elemento en la reivindicación usando los artículos "un", "uno", "una", "el", "la", "dicho", o "dicha" no se ha de interpretar como limitante del artículo o elemento al singular a menos que se indique expresamente. Las definiciones y divulgaciones expuestas en la presente Solicitud prevalecen sobre cualquier definición y divulgación inconsistente que pueda existir en una referencia incorporada. Todas las referencias a los ensayos ASTM son las versiones más recientes, aprobadas actualmente, y publicadas del ensayo ASTM identificado, a partir de la fecha de presentación prioritaria de la presente solicitud.

20

10

#### **REIVINDICACIONES**

- 1. Un método de preparación de una espuma a partir de una resina polimerizable, refiriéndose la expresión resina polimerizable a moléculas reactivas que tienen tres o más sitios de insaturación etilénica que participan en la formación de enlaces covalentes durante la polimerización por radicales libres para formar moléculas mayores que comprenden múltiplos de las moléculas reactivas, comprendiendo el método:
- (i) proporcionar un iniciador activado térmicamente que tiene una temperatura de iniciación dada, que es la temperatura correspondiente a una vida media de diez horas del iniciador usando disolvente benceno a una concentración 0,2 M, o equivalente, y una temperatura promovida dada, que es la temperatura correspondiente a una vida media de diez horas del iniciador usando disolvente benceno a una concentración de 0,2 M, o equivalente, en presencia de cualquier promotor en la misma proporción en peso en términos de partes en peso de promotor con respecto a partes por millón en peso de iniciador, que se usa en el método, en el que la temperatura del iniciador es menor que la temperatura de iniciación;
- (ii) proporcionar una solución de temperatura elevada que comprende una cantidad dada de la resina polimerizable y dióxido de carbono, y opc ionalmente promotor, en el que la temperatura de la solución de temperatura elevada es mayor que la temperatura promovida;
  - (iii) combinar a una presión de mezcla el iniciador de la etapa (i) con la solución de la etapa (ii) para formar una mezcla que tiene una temperatura mayor que la temperatura promovida;
- 20 (iv) expandir la mezcla por disminución de la presión de la mezcla hasta menos de la presión de mezcla para crear una espuma que comprende una pluralidad de celdas formadas por dióxido de carbono que se expande fuera de la solución; y
  - (v) curar la resina polimerizable dentro de la espuma para crear una matriz solidificada que reviste la pluralidad de celdas.
  - 2. El método de la reivindicación 1 en el que la solución de temperatura elevada de la etapa (ii) comprende además un correactante, siendo el correactante una molécula que tiene dos o menos sitios de insaturación etilénica que participan en la formación de enlaces covalentes durante la polimerización por radicales libres de la resina polimerizable, preferentemente en el que el correactante comprende un acrilato.
  - 3. El método de una cualquiera de las reivindicaciones previas en el que la presión de mezcla es al menos 690 kPa (100 psig), preferentemente al menos una cualquiera de 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (200, 300, 350, 500, y 800 psig).
- 4. El método de una cualquiera de las reivindicaciones previas en el que la temperatura del iniciador de la etapa (i) es como máximo 45 °C, preferentemente como máximo una cualquiera de 40, 35, 25, y 20 °C y la temperatura de la solución de temperatura elevada de la etapa (ii) es al menos 25 °C, preferentemente al menos una cualquiera de 35, 50, 75, 100, 120, 150, y 175 °C.
- 40 5. El método de una cualquiera de las reivindicaciones previas en el que:

la etapa de combinación (iii) se produce en una cámara de mezcla; y la etapa de expansión (iv) se produce por descarga de la mezcla de la etapa (iii) en una cámara de dispensación.

- 45 6. El método de la reivindicación 5 que comprende además descargar la espuma desde la cámara de dispensación.
  - 7. El método de la reivindicación 6 que comprende además purgar el residuo de la mezcla desde la cámara de mezcla y el residuo de la espuma desde la cámara de dispensación.
- 8. El método de una cualquiera de las reivindicaciones previas en el que la etapa de combinación (iii) comprende hacer incidir una corriente del iniciador de la etapa (i) con una corriente de la solución de la etapa (ii).
  - 9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones previas en el que:
- la etapa de provisión (i) comprende proporcionar una solución de temperatura inferior que comprende:

una cantidad complementaria de la resina polimerizable;

el iniciador activado térmicamente que tiene la temperatura de iniciación dada y la temperatura promovida dada; y

60 dióxido de carbono,

5

10

25

30

en el que la temperatura de la solución de temperatura inferior es menor que la temperatura de iniciación del iniciador; y

la etapa de combinación (iii) comprende combinar la solución de temperatura inferior y la solución de temperatura elevada para formar la mezcla que tiene la temperatura mayor que la temperatura promovida.

#### 10. El método de la reivindicación 9 en el que:

5

15

20

la solución de temperatura elevada se proporciona a una presión de al menos 690 kPa (100 psig), preferentemente una cualquiera de al menos 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (200, 300, 350, 500, y 800 psig):

la solución de temperatura inferior se proporciona a una presión de al menos 690 kPa (100 psig), preferentemente una cualquiera de al menos 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (200, 300, 350, 500, y 800 psig);

la etapa de combinación (iii) se produce en una cámara de mezcla; y

- la etapa de expansión (iv) se produce en una cámara de dispensación que tiene una presión de menos de 690 kPa (100 psig).
  - 11. El método de la reivindicación 10 que comprende además descargar la espuma de la etapa (iv) desde la cámara de dispensación para crear la espuma de la etapa (v) fuera de la cámara de dispensación.
  - 12. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11 en el que la solución de temperatura inferior comprende además un correactante, siendo el correactante una molécula que tiene dos o menos sitios de insaturación etilénica que participan en la formación de enlaces covalentes durante la polimerización por radicales libres de la resina polimerizable, preferentemente en el que el correactante comprende un acrilato.
  - 13. El método de una cualquiera de las reivindicaciones previas en el que la resina polimerizable comprende un triglicérido que tiene funcionalidad acrilato, y/o en el que el iniciador activado térmicamente comprende un peróxido.
- 14. El método de una cualquiera de las reivindicaciones previas en el que la solución de temperatura elevada de la etapa (ii) comprende uno o más promotores.
  - 15. El método de la reivindicación 9 en el que:
- la solución de temperatura elevada se proporciona a una presión de al menos 690 kPa (100 psig), preferentemente una cualquiera de al menos 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (200, 300, 350, 500, y 800 psig);
  - la solución de temperatura inferior se proporciona a una presión de al menos 690 kPa (100 psig), preferentemente una cualquiera de al menos 1380, 2070, 2410, 3450 y 5520 kPa (200, 300, 350, 500, y 800 psig):
- la etapa de combinación (iii) se produce en una cámara de mezcla; y la etapa de expansión (iv) se produce por descarga de la mezcla desde la cámara de mezcla a una presión de menos de 690 kPa (100 psig).

FIG. 1 FIG. 4 RECIPIENTE DE CÁMARA 12 16 ACONDICIONAMIENTO DE MEZCLA 10-60-14 CÁMARA CÁMARA DE 16 24 DE MEZCLA DISPENSACIÓN -26 22 CÁMARA DE ESTACIÓN DE 24 62 DISPENSACIÓN **MICROONDAS** 

FIG. 2 RECIPIENTE DE RECIPIENTE DE ACONDICIONAMIENTO -18 ACONDICIONAMIENTO 12-В 16 -20 10 CÁMARA DE MEZCLA -26 CÁMARA DE 24 DISPENSACIÓN 22

