

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 689 874**

51 Int. Cl.:

<b>C08J 3/20</b>	(2006.01)
<b>A61L 9/12</b>	(2006.01)
<b>B01D 39/00</b>	(2006.01)
<b>C08J 5/18</b>	(2006.01)
<b>C08J 9/00</b>	(2006.01)
<b>C08J 9/28</b>	(2006.01)
<b>B01D 39/16</b>	(2006.01)
<b>A61L 9/04</b>	(2006.01)
<b>C08J 9/36</b>	(2006.01)

12

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.03.2011 PCT/US2011/027471**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **20.10.2011 WO11129928**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.03.2011 E 11709259 (3)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.08.2018 EP 2558520**

54 Título: **Material microporoso**

30 Prioridad:

**15.04.2010 US 761020**

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

**16.11.2018**

73 Titular/es:

**PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (100.0%)  
3800 West 143rd Street  
Cleveland, OH 44111, US**

72 Inventor/es:

**BOYER, JAMES L.;  
GARDNER, CHRISTINE;  
KNOX, CAROL L.;  
PARRINELLO, LUCIANO M. y  
SWISHER, ROBERT**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

**ES 2 689 874 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**

Material microporoso

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a materiales microporosos que incluyen, polímero orgánico termoplástico, carga formada por partículas, y una red de poros interconectados. Los materiales microporosos de la presente invención poseen propiedades de transferencia de material volátil controladas.

10

**Antecedentes de la invención**

La administración de materiales volátiles, tales como fragancias (por ejemplo, ambientadores) se puede conseguir por medio de un aparato de administración que incluye un depósito que contiene material volátil. El aparato de administración por lo general incluye una membrana permeable al vapor que cubre o que encierra el depósito. El material volátil dentro del depósito pasa a través de la membrana permeable al vapor y se libera a la atmósfera (por ejemplo, aire) en el lado atmosférico de la membrana. Las membranas permeables al vapor por lo general se fabrican a partir de polímeros orgánicos y son porosas.

15

20

La tasa a la que el material volátil pasa a través de la membrana permeable al vapor generalmente es un factor importante. Por ejemplo, si la tasa a la que el material volátil pasa a través de la membrana permeable al vapor es demasiado baja, las propiedades asociadas al material volátil, tales como fragancia, por lo general serán indeseablemente bajas o imperceptibles. Si, por ejemplo, la tasa a la que el material volátil pasa a través de la membrana permeable al vapor es demasiado elevada, el depósito de material volátil se puede agotar con demasiada rapidez, y las propiedades asociadas al material volátil, tales como fragancia, pueden ser indeseablemente elevadas o en algunos casos abrumadoras.

25

Generalmente es deseable minimizar o prevenir la formación de material volátil en la atmósfera o lado exterior de la membrana permeable al vapor, a partir de la que se libera el material volátil en la atmósfera (por ejemplo, en el aire). El material volátil líquido que se forma en el lado exterior de la membrana permeable al vapor se puede recoger (por ejemplo, formación de líquido) dentro y la fuga desde el aparato de administración puede dar como resultado, por ejemplo, tinción de artículos, tales como ropas o muebles, que entran en contacto con el mismo. Además, la formación de material volátil líquido en el lado exterior de la membrana permeable al vapor puede dar como resultado una liberación desigual de material volátil desde el dispositivo de administración.

30

Después de la exposición a un aumento de temperatura ambiente, la tasa a la que el material volátil pasa a través de la membrana permeable al vapor puede aumentar hasta una tasa indeseablemente elevada. Por ejemplo, un aparato de administración que se usa dentro del compartimento de pasajeros de un automóvil se puede exponer a aumentos de temperatura ambiente. Como tal, por lo general es deseable la minimización del aumento de la tasa a la que el material volátil pasa a través de la membrana permeable al vapor, como una función del aumento de la temperatura ambiente.

40

Podría ser deseable desarrollar nuevos materiales microporosos que posean propiedades de transferencia de material volátil controladas. Además podría ser deseable que tales materiales microporosos recién desarrollados minimizaran la formación de material volátil líquido en el lado externo o superficie de los mismos. Además, la tasa a la que el material volátil pasa a través de tales materiales microporosos recién desarrollados experimenta un aumento mínimo con un aumento de la temperatura ambiente.

45

**Sumario de la invención**

50

De acuerdo con la presente invención se proporciona, un material microporoso que comprende:

- (a) una matriz de polímero orgánico termoplástico insoluble en agua que comprende poliolefina;
- (b) carga formada por partículas insolubles en agua, finamente divididas, dicha carga formada por partículas distribuyéndose a través de dicha matriz y que constituye de un 20 a un 90 por ciento en peso, basándose en el peso total de dicho material microporoso; y
- (c) una red de poros interconectados que se comunican a través de dicho material microporoso;

55

en la que dicho material microporoso tiene,

60

- una superficie de contacto de material volátil,
- una superficie de liberación de vapor, en la que dicha superficie de contacto de material volátil y dicha superficie de liberación de vapor se oponen entre sí, y en la que (i) al menos una parte de dicha superficie de contacto de material volátil tiene un primer revestimiento sobre la misma, y/o (ii) al menos una parte de dicha superficie de liberación de vapor tiene un segundo revestimiento sobre la misma, y el primer y segundo revestimientos cada uno se puede formar independientemente a partir de una composición de revestimiento acuosa que incluye

65

material polimérico orgánico dispersado.

Además, la presente invención proporciona un material microporoso que comprende:

- 5 (a) una matriz de polímero orgánico termoplástico insoluble en agua que comprende poliolefina;  
 (b) carga formada por partículas insolubles en agua, finamente divididas, dicha carga formada por partículas distribuyéndose a través de dicha matriz y que constituye de un 20 a un 90 por ciento en peso, basándose en el peso total de dicho material microporoso; y  
 (c) una red de poros interconectados que se comunican a través de dicho material microporoso;

10

en la que dicho material microporoso tiene,

- una superficie de contacto de material volátil,
- una superficie de liberación de vapor, en la que dicha superficie de contacto de material volátil y dicha superficie de liberación de vapor se oponen entre sí en la que (i) al menos una parte de dicha superficie de contacto de material volátil tiene un primer revestimiento sobre la misma, y/o (ii) al menos una parte de dicha superficie de liberación de vapor tiene un segundo revestimiento sobre la misma, en la que dicho primer revestimiento y dicho segundo revestimiento cada uno se selecciona independientemente entre una composición de revestimiento que comprende poli(alcohol vinílico).

15

20

### Descripción detallada de la invención

Como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones, la "superficie de contacto de material volátil" es la superficie del material microporoso que se opone y, por lo general, está en contacto con el material volátil, que, por ejemplo, está contenido en un depósito de ensayo, como se describe con detalles adicionales a continuación.

25

Como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones, la "superficie de liberación de vapor" es la superficie del material microporoso que no se opone y/o está en contacto directamente el material volátil, y a partir de la cual el material volátil se libera en una atmósfera exterior en una forma gaseosa o de vapor.

30

Como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones, el término "(met)acrilato" y términos similares, tales como "ésteres de ácido (met)acrílico" se refiere a acrilatos y/o metacrilatos.

Como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones, la "tasa de transferencia de material volátil" de los materiales microporosos, se determinó de acuerdo con la siguiente descripción. Un depósito de ensayo se fabricó a partir de un polímero termoplástico transparente, con un volumen interior suficiente para contener 2 mililitros del material volátil acetato de bencilo. Las dimensiones interiores del depósito se definieron mediante un diámetro circular en el borde de la cara abierta de aproximadamente 4 centímetros y una profundidad no superior a 1 centímetro. La cara abierta se usó para determinar la tasa de transferencia de material volátil. Con el depósito de ensayo permaneciendo plano (con la cara abierta colocada hacia arriba), se introdujeron aproximadamente 2 mililitros de acetato de bencilo en el depósito de ensayo. Con el acetato de bencilo introducido en el depósito de ensayo, una lámina de material microporoso con un grosor de 152,4  $\mu\text{m}$  a 457,2  $\mu\text{m}$  (de 6 a 18 mils) se puso sobre la cara/lado abierto del depósito de ensayo, de modo que 12,5  $\text{cm}^2$  de la superficie de contacto de material volátil de la lámina microporosa estaban expuestos al interior del depósito. El depósito de ensayo se pesó para obtener un peso inicial de todo el conjunto cargado. El depósito de ensayo, que contenía acetato de bencilo y estaba encerrado con la lámina de material microporoso, se colocó a continuación, permaneciendo vertical, en una campana extractora de agentes químicos del laboratorio con dimensiones aproximadas de 152,4 cm (5 pies) (alto) x 152,4 cm (5 pies) (ancho) x 60,96 cm (2 pies) (profundidad). Con el depósito de ensayo permaneciendo vertical, el acetato de bencilo estaba en contacto directo con al menos una parte de la superficie de contacto de material volátil de la lámina microporosa. Las puertas de vidrio de la campana extractora se bajaron, y el flujo de aire a través de la campana se ajustó con el fin de tener ocho (8) modificaciones (o renovaciones) de volumen de campana por hora. A menos que se indique de otro modo, la temperatura en la campana se mantuvo a 25  $^{\circ}\text{C} \pm 5$   $^{\circ}\text{C}$ . La humedad dentro de la campana extractora era ambiental. Los depósitos de ensayo se pesaron regularmente en la campana. La pérdida de peso de acetato de bencilo calculada, en combinación con el tiempo transcurrido y el área superficial de la lámina microporosa expuesta al interior del depósito de ensayo, se usaron para determinar la tasa de transferencia volátil de la lámina microporosa, en unidades de  $\text{mg} / (\text{hora}^* \text{cm}^2)$ .

35

40

45

50

55

Como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones, el porcentaje de aumento de la tasa de transferencia de material volátil del material microporoso de la presente invención de 25  $^{\circ}\text{C}$  a 60  $^{\circ}\text{C}$  se determinó para muestras de lámina de material microporoso separadas pero esencialmente equivalentes a 25  $^{\circ}\text{C}$  y 60  $^{\circ}\text{C}$ , de acuerdo con el método que se ha descrito anteriormente. Los depósitos se colocaron en una campana de cristal grande y sobre una solución acuosa al 50 % de cloruro potásico también contenida en la campana de cristal. Toda la campana de cristal con contenidos se puso en un horno calentado a 60  $^{\circ}\text{C}$ . Los depósitos se mantuvieron en estas condiciones durante un periodo de 7 a 10 horas. Los depósitos se devolvieron a continuación a la campana en condiciones ambientales durante una noche y el proceso se repitió durante varios días. Cada uno de los depósitos se pesó antes de su colocación en la campana de cristal y después de su retirada de la campana de cristal. Después

60

65

de la retirada de la campana de cristal, el peso de cada depósito después de llevar de nuevo el depósito a temperatura ambiente.

5 Como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones, si la superficie de liberación de vapor del material microporoso estaba "esencialmente libre de material volátil en forma líquida" se determinó de acuerdo con la siguiente descripción. Cuando los depósitos de ensayo se pesaron, como se ha descrito anteriormente, la superficie de liberación de vapor de la lámina microporosa se examinó visualmente a simple vista para determinar si en la misma había presencia de gotas y/o una película de líquido. Si cualquier evidencia de gotas (es decir, una sola gota) y/o una película de líquido se observaba visualmente en la superficie de liberación de vapor, pero que no se deslizaba por la superficie, se consideraba que la lámina microporosa era aceptable. Si las gotas se deslizaban por la superficie, se determinaba que la lámina microporosa había fallado. Si no hay evidencia de gotas (es decir, ni una gota) y/o una película de líquido que se observara visualmente en la superficie de liberación de vapor, se determinaba que la lámina microporosa estaba esencialmente libre de material volátil en forma líquida.

15 A menos que se indique de otro modo, se debe entender que todos los intervalos que se desvelan en el presente documento incluyen todos y cada uno de los sub intervalos incluidos en los mismos. Por ejemplo, se debería considerar que un intervalo que se indica como de "1 a 10" incluye todos y cada uno de los subintervalos entre (y que incluyen) el valor mínimo de 1 y el valor máximo de 10; es decir, todos los subintervalos que comienzan con un valor mínimo de 1 o superior y que terminan con un valor máximo de 10 o inferior, por ejemplo, de 1 a 6,1, de 3,5 a 20 7,8, de 5,5 a 10, etc.

A menos que se indique de otro modo, se debe entender que todos los números o expresiones, tales como los que expresan dimensiones estructurales, cantidades de ingredientes, etc., tal como se usan en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones están modificados en todos los casos con el término "aproximadamente".

25 La expresión "material volátil" como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones se refiere a un material que es capaz de conversión a una forma gaseosa o vapor (es decir, capaz de vaporizarse) a temperatura ambiente y presión ambiente, en ausencia de energía adicional o suplementaria transmitida (por ejemplo, en forma de calor y/o agitación). El material volátil puede comprender un material volátil orgánico, que puede incluir los 30 materiales volátiles que comprenden un material a base de disolvente, o los que se dispersan en un material a base de disolvente. El material volátil puede estar en una forma líquida y/o en una forma sólida, y puede ser de origen natural o se puede formar por vía sintética. Cuando está en una forma sólida, el material volátil por lo general se sublima desde la forma sólida a la forma de vapor, en ausencia de una forma líquida intermedia. El material volátil opcionalmente se puede combinar o formular con materiales no volátiles, tales como un vehículo (por ejemplo, agua y/o disolventes volátiles). En el caso de un material volátil sólido, el vehículo no volátil puede estar en forma de un 35 material poroso (por ejemplo, un material inorgánico poroso) en el que se mantiene el material volátil sólido. Además, el material volátil sólido puede estar en forma de un gel semisólido.

40 El material volátil puede ser un material de fragancia, tal como un aceite de perfume de origen natural o sintético. Los ejemplos de aceites de perfume a partir de los que se puede seleccionar el material volátil líquido incluyen, pero no se limitan a, aceite de bergamota, naranja amarga, limón, mandarina, comino, hoja de cedro, hoja de clavo, madera de cedro, geranio, lavanda, naranja, origanum, petitgrain, cedro blanco, pachulí, nerolí, rosa absoluta y combinaciones de los mismos. Los ejemplos de materiales de fragancia sólida a partir de los que se puede seleccionar el material volátil incluyen, pero no se limitan a, vainillina, etil vainillina, cumarina, Tonalid, Calone, 45 heliotropeno, almizcle xilol, cedrol, cetona benzofenona de almizcle, cetona de frambuesa, metil naftil cetona beta, salicilato de fenil etilo, veltol, maltol, lactona de arce, acetato de proeugenol, evemilo y combinaciones de los mismos.

50 La tasa de transferencia de material volátil del material microporoso puede ser inferior o igual a 0,7 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o inferior o igual a 0,6 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o inferior o igual a 0,55 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o inferior o igual a 0,50 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>). La tasa de transferencia de material volátil del material microporoso puede ser igual a o superior a 0,02 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o igual o superior a 0,04 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o igual o superior a 0,30 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o igual o superior a 0,35 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>). La tasa de transferencia de material volátil del material microporoso puede variar entre cualquier combinación de estos valores superiores e inferiores. Por ejemplo, la tasa de transferencia de 55 material volátil del material microporoso puede ser de 0,04 a 0,6 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o de 0,2 a 0,6 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o de 0,30 a 0,55 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o de 0,35 a 0,50 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), en cada caso incluyendo los valores mencionados.

60 Aunque no se pretende quedar ligado por ninguna teoría, cuando material volátil se transfiere desde la superficie de contacto de material volátil a la superficie de liberación de vapor del material microporoso, se cree que el material volátil está en una forma seleccionada entre líquido, vapor, y una combinación de los mismos. Además, y sin pretender quedar ligado por ninguna teoría, se cree que el material volátil, al menos en parte, se desplaza a través de la red de poros interconectados que se comunican esencialmente a través del material microporoso.

65 El material microporoso puede tener una densidad de al menos 0,7 g/cm<sup>3</sup> o al menos 0,8 g/cm<sup>3</sup>. Como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones, la densidad del material microporoso se determina midiendo el peso y el volumen de una muestra del material microporoso. El límite superior de la densidad del material microporoso debe

variar ampliamente, con la condición de que tenga una tasa de transferencia de material volátil objeto, por ejemplo, de 0,04 a 0,6 mg / (hora\* cm<sup>2</sup>), y la superficie de liberación de vapor esté esencialmente libre de material volátil en forma líquida cuando el material volátil se transfiere desde la superficie de contacto de material volátil a dicha superficie de liberación de vapor. Por lo general, la densidad del material microporoso es inferior o igual a 1,5 g/cm<sup>3</sup>,  
 5 o inferior o igual a 1,0 g/cm<sup>3</sup>. La densidad del material microporoso puede variar entre cualquiera de los valores que se han indicado anteriormente, incluyendo los valores mencionados. Por ejemplo, el material microporoso puede tener una densidad de 0,7 g/cm<sup>3</sup> a 1,5 g/cm<sup>3</sup>, tal como, de 0,8 g/cm<sup>3</sup> a 1,2 g/cm<sup>3</sup>, incluyendo los valores mencionados.

10 Cuando el material microporoso tiene una densidad de al menos 0,7 g/cm<sup>3</sup>, tal, al menos 0,8 g/cm<sup>3</sup>, la superficie de contacto de material volátil y la superficie de liberación de vapor del material microporoso cada una puede estar libres de material de revestimiento sobre la misma. Cuando está libre de un material de revestimiento sobre la misma, la superficie de contacto de material volátil y la superficie de liberación de vapor cada una se definen por el material microporoso.

15 Cuando el material microporoso tiene una densidad de al menos 0,7 g/cm<sup>3</sup>, tal como al menos 0,8 g/cm<sup>3</sup>, al menos una parte de la superficie de contacto de material volátil del material microporoso opcionalmente tiene un primer revestimiento sobre la misma, y al menos una parte de la superficie de liberación de vapor del material microporoso tiene un segundo revestimiento sobre la misma. El primer revestimiento y el segundo revestimiento  
 20 pueden ser iguales o diferentes. La superficie de contacto de material volátil se define al menos en parte por el primer revestimiento. La superficie de liberación de vapor se define al menos en parte por el segundo revestimiento.

El primer y segundo revestimientos cada uno se puede seleccionar independientemente entre revestimientos reticulables (por ejemplo, revestimientos termoendurecibles y revestimientos foto-curables), y revestimientos no reticulables (por ejemplo, revestimientos secados al aire). El primer y segundo revestimientos se pueden aplicar a las respectivas superficies del material microporoso de acuerdo con métodos reconocidos en la técnica, tales como técnicas de aplicación mediante pulverización, revestimiento de cortina, revestimiento por inmersión, y/o revestimiento de estiramiento sobre un sustrato (por ejemplo, por medio de una cuchilla rascadora o barra de estiramiento).  
 25

30 Las composiciones de primer y segundo revestimiento cada una independientemente puede incluir aditivos reconocidos en la técnica, tales como antioxidantes, estabilizantes de luz ultravioleta, agentes de control de flujo, estabilizantes de dispersión (por ejemplo, en el caso de dispersiones acuosas), y colorantes (por ejemplo, colorantes y/o pigmentos). Por lo general, las composiciones de primer y segundo revestimientos están libres de colorantes, y como dar son esencialmente transparentes u opacas. Los aditivos opcionales pueden estar presentes en las composiciones de revestimiento en cantidades individuales de, por ejemplo, un 0,01 a un 10 por ciento en peso, basándose en el peso total de la composición de revestimiento.  
 35

El primer revestimiento y dicho segundo revestimiento cada uno se forma independientemente a partir de una composición de revestimiento acuosa que incluye material polimérico orgánico dispersado. La composición de revestimiento acuosa puede tener un tamaño de partícula de 200 a 400 nm. Los sólidos de la composición de revestimiento acuosa pueden variar ampliamente, por ejemplo de un 0,1 a un 30 por ciento en peso, o de un 1 a un 20 por ciento en peso, en cada caso basándose en peso total de la composición de revestimiento acuosa. Los polímeros orgánicos que comprenden las composiciones de revestimiento acuosas pueden tener pesos moleculares promedio en número (Mn), por ejemplo, de 1000 a 4.000.000, o de 10.000 a 2.000.000.  
 40  
 45

La composición de revestimiento acuosa se puede seleccionar entre dispersiones acuosas de poli(met)acrilato, dispersiones acuosas de poliuretano, dispersiones acuosas de aceite de silicona (o silicio), y combinaciones de las mismas. Los polímeros de poli(met)acrilato de las dispersiones acuosas de poli(met)acrilato se pueden preparar de acuerdo con métodos reconocidos en la técnica. Por ejemplo, los polímeros de poli(met)acrilato pueden incluir restos (o unidades monoméricas) de (met)acrilatos de alquilo que tengan de 1 a 20 átomos de carbono en el grupo alquilo. Los ejemplos de (met)acrilatos de alquilo que tienen de 1 a 20 átomos de carbono en el grupo alquilo incluyen, pero no se limitan a, (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de 2-hidroxietilo, (met)acrilato de propilo, (met)acrilato de 2-hidroxipropilo, (met)acrilato de isopropilo, (met)acrilato de butilo, (met)acrilato de isobutilo,  
 50 (met)acrilato de terc-butilo, (met)acrilato de 2-etilhexilo, (met)acrilato de laurilo, (met)acrilato de isobornilo, (met)acrilato de ciclohexilo, y (met)acrilato de 3,3,5-trimetilciclohexilo. Para fines de ilustración no limitante, un ejemplo de una dispersión acuosa de poli(met)acrilato a partir de la cual se pueden seleccionar independientemente las composiciones de primer y segundo revestimientos es HYCAR 26138, que está disponible en el mercado en Lubrizol Advanced Materials, Inc.  
 55  
 60

Los polímeros de poliuretano de las dispersiones acuosas de poliuretano, a partir de los cuales se pueden seleccionar el primer y segundo revestimientos cada uno independientemente, incluyen cualquiera de los conocidos por el experto en la materia. Por lo general, los polímeros de poliuretano se preparan a partir de materiales con grupo funcional isocianato que tengan dos o más grupos isocianato, y materiales con grupo funcional de hidrógeno activo que tengan dos o más grupos hidrógeno activo. Los grupos hidrógeno activo se pueden seleccionar, por ejemplo, entre grupos hidroxilo, grupos tiol, aminas primarias, aminas secundarias, y combinaciones de los mismos.  
 65

Para fines de ilustración no limitante, un ejemplo de una dispersión acuosa de poliuretano a partir de la cual se pueden seleccionar las composiciones de primer y segundo revestimientos cada una independientemente es WITCOBOND W-240, que está disponible en el mercado en Chemtura Corporation.

5 Los polímeros de silicio de las dispersiones acuosas de aceite de silicona se pueden seleccionar entre dispersiones acuosas de aceite de silicona, conocidas y reconocidas en la técnica. Para fines de ilustración no limitante, un ejemplo de una dispersión acuosa de silicio a partir de la cual se pueden seleccionar las composiciones de primer y segundo revestimientos cada una independientemente es MOMENTIVE LE-410, que está disponible en el mercado en Momentive Performance Materials.

10 El primer revestimiento y el segundo revestimiento se pueden aplicar cada uno independientemente en cualquier grosor adecuado, con la condición de que el material microporoso tenga una tasa de transferencia de material volátil objeto, por ejemplo, de 0,04 a 0,6 mg / (hora\* cm<sup>2</sup>), y la superficie de liberación de vapor esté esencialmente libre de material volátil en forma líquida cuando el material volátil se transfiere desde la superficie de contacto de material volátil a dicha superficie de liberación de vapor. Además, el primer revestimiento y el segundo revestimiento cada uno puede tener independientemente un peso de revestimiento (es decir, eso del revestimiento que está en el material microporoso) de 0,01 a 5,5 g/m<sup>2</sup>, tal como de 0,1 a 5,0 g/m<sup>2</sup>, o de 0,5 a 3 g/m<sup>2</sup>, o de 0,75 a 2,5 g/m<sup>2</sup>, o de 1 a 2 g/m<sup>2</sup>.

20 El material microporoso puede tener una densidad inferior a 0,8 g/cm<sup>3</sup>, y al menos una parte de la superficie de contacto de material volátil del material microporoso tiene un primer revestimiento sobre la misma, y al menos una parte de la superficie de liberación de vapor del material microporoso tiene un segundo revestimiento sobre la misma. El primer revestimiento y el segundo revestimiento pueden ser iguales o diferentes, y son cada uno independientemente tal como se ha descrito anteriormente en el presente documento con respecto al primer y segundo revestimientos del material microporoso que tienen una densidad de al menos 0,8 g/cm<sup>3</sup>.

30 Cuando es inferior a 0,8 g/cm<sup>3</sup>, la densidad del material microporoso de la presente invención puede tener cualquier límite inferior adecuado, con la condición de que el material microporoso tenga una tasa de transferencia de material volátil objeto, por ejemplo, de 0,04 a 0,6 mg / (hora\* cm<sup>2</sup>), y la superficie de liberación de vapor está esencialmente libre de material volátil en forma líquida cuando el material volátil se transfiere desde la superficie de contacto de material volátil a dicha superficie de liberación de vapor. Con esta realización particular de la presente invención, la densidad del material microporoso puede ser de 0,6 a inferior a 0,8 g/cm<sup>3</sup>, o de 0,6 a 0,75 g/cm<sup>3</sup> (por ejemplo, de 0,60 a 0,75 g/cm<sup>3</sup>) o de 0,6 a 0,7 g/cm<sup>3</sup> (por ejemplo, de 0,60 a 0,70 g/cm<sup>3</sup>), o de 0,65 a 0,70 g/cm<sup>3</sup>.

35 Además, al menos una parte de la superficie de contacto de material volátil del material microporoso puede tener un primer revestimiento sobre la misma, y al menos una parte de la superficie de liberación de vapor del material microporoso puede tener un segundo revestimiento sobre la misma, en la que el primer y segundo revestimientos cada uno se selecciona independientemente entre una composición de revestimiento que comprende un poli(alcohol vinílico).

40 Con la realización revestida con poli(alcohol vinílico) de la presente invención, cuando el material microporoso (es decir, el material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) se expone a un aumento de temperatura de 25 °C a 60 °C, la tasa de transferencia de material volátil del mismo aumenta en una cantidad inferior o igual a un 150 por ciento. Cuando el material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) se expone a un aumento de temperatura (por ejemplo, a partir de una temperatura ambiente de 25 °C a 60 °C) la tasa de transferencia de material volátil por lo general aumenta, y por lo general no disminuye a menos que, por ejemplo, el material microporoso se haya dañado por exposición a la temperatura ambiente más elevada. Como tal, y como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones, la indicación "la tasa de transferencia de material volátil del mismo aumenta en una cantidad inferior o igual a un [uno indicado] por ciento" (por ejemplo, un 150 por ciento), incluye un límite inferior de un 0 por ciento, pero no incluye un límite inferior que sea inferior a un 0 por ciento.

50 Para fines de ilustración, cuando el material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) tiene una tasa de transferencia de material volátil de 0,3 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>) a 25 °C, cuando el material microporoso se expone a una temperatura de 60 °C, la tasa de transferencia de material volátil aumenta hasta un valor que es inferior o igual a 0,75 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>).

60 En una realización, cuando el material microporoso (es decir, el material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) se expone a un aumento de temperatura de 25 °C a 60 °C, la tasa de transferencia de material volátil del mismo aumenta en una cantidad inferior o igual un 125 por ciento. Por ejemplo, cuando el material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) tiene una tasa de transferencia de material volátil de 0,3 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>) a 25 °C, cuando el material microporoso se expone a una temperatura de 60 °C, la tasa de transferencia de material volátil aumenta hasta un valor que es inferior o igual a 0,68 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>).

65 Además, cuando el material microporoso (es decir, el material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) se expone a un aumento de temperatura de 25 °C a 60 °C, la tasa de transferencia de material volátil del mismo aumenta en una cantidad inferior o igual a un 100 por ciento. Por ejemplo, cuando el material microporoso revestido

con poli(alcohol vinílico) tiene una tasa de transferencia de material volátil de 0,3 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>) a 25 °C, cuando el material microporoso se expone a una temperatura de 60 °C, la tasa de transferencia de material volátil aumenta hasta un valor que es inferior o igual a 0,6 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>).

- 5 El primer y segundo revestimientos de poli(alcohol vinílico) puede cada uno estar presente independientemente en cualquier peso de revestimiento adecuado, con la condición de que el material microporoso tenga una tasa de transferencia de material volátil objeto, por ejemplo, de al menos 0,04 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), y cuando el material microporoso (es decir, el material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico)) se expone a un aumento de temperatura de 25 °C a 60 °C, la tasa de transferencia de material volátil del mismo aumenta en una cantidad inferior o igual a un 150 por ciento. Por lo general, el primer revestimiento de poli(alcohol vinílico) y el segundo revestimiento de poli(alcohol vinílico) cada uno tiene independientemente un peso de revestimiento de 0,01 a 5,5 g/m<sup>2</sup>, o de 0,1 a 4,0 g/m<sup>2</sup>, o de 0,5 a 3,0 g/m<sup>2</sup>, o de 0,75 a 2,0 g/m<sup>2</sup>.

- 15 La tasa de transferencia de material volátil del material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) puede ser de al menos 0,02 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>). La tasa de transferencia de material volátil del material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) puede ser igual o superior a 0,04 mg/ (hora\*cm<sup>2</sup>), o igual o superior a 0,1 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o igual o superior a 0,2 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), igual o superior a 0,30 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o igual o superior a 0,35 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>). La tasa de transferencia de material volátil del material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) puede ser inferior o igual a 0,7 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o inferior o igual a 0,6 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o inferior o igual a 0,55 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o inferior o igual a 0,50 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>). La tasa de transferencia de material volátil del material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) puede variar entre cualquier combinación de estos valores superiores e inferiores, que incluyen los valores mencionados. Por ejemplo, la tasa de transferencia de material volátil del material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) puede ser de al menos 0,02 mg/ (hora\*cm<sup>2</sup>), tal como de 0,04 a 0,70 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o de 0,04 a 0,60 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o de 0,20 a 0,60 mg/ (hora\*cm<sup>2</sup>), o de 0,30 a 0,55 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), o de 0,35 a 0,50 mg/ (hora\* cm<sup>2</sup>), en cada caso e incluyendo los valores mencionados.

- 30 La densidad del material microporoso de la realización del material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) de la presente invención puede variar ampliamente, con la condición de que el material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) tenga una tasa de transferencia de material volátil objeto, por ejemplo, al menos 0,04 mg / (hora\* cm<sup>2</sup>), y cuando el material microporoso (es decir, el material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico)) se expone a un aumento de temperatura de 25 °C a 60 °C, la tasa de transferencia de material volátil del mismo aumenta en una cantidad inferior o igual a un 150 por ciento.

- 35 Además, la densidad del material microporoso, del material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico), puede ser de al menos 0,7 g/cm<sup>3</sup>, tal como al menos 0,8 g/cm<sup>3</sup> (por ejemplo, de 0,8 a 1,2 g/cm<sup>3</sup>) todos incluyendo los valores mencionados. En una realización de la presente invención, la densidad del material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) (es decir, la densidad del material microporoso antes de la aplicación del revestimiento de poli(alcohol vinílico)) es inferior a 0,8 g/cm<sup>3</sup>. Por ejemplo, la densidad del material microporoso, del material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico), puede ser de 0,6 a inferior a 0,8 g/cm<sup>3</sup>, o de 0,6 a 0,75 g/cm<sup>3</sup> (por ejemplo, de 0,60 a 0,75 g/cm<sup>3</sup>) o de 0,6 a 0,7 g/cm<sup>3</sup> (por ejemplo, de 0,60 a 0,70 g/cm<sup>3</sup>), o de 0,65 a 0,70 g/cm<sup>3</sup>, todos incluyendo los valores mencionados.

- 45 Con el material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) de la presente invención, cuando el material volátil se transfiere desde la superficie de contacto de material volátil a la superficie de liberación de vapor, la superficie de liberación de vapor está esencialmente libre de material volátil en forma líquida.

- 50 El revestimiento de poli(alcohol vinílico) se puede seleccionar entre revestimientos líquidos que pueden incluir opcionalmente un disolvente seleccionado entre agua, disolventes orgánicos y combinaciones de los mismos. El revestimiento de poli(alcohol vinílico) se puede seleccionar entre revestimientos reticulables (por ejemplo, revestimientos termoendurecibles), y revestimientos no reticulables (por ejemplo, revestimientos secados al aire). El revestimiento de poli(alcohol vinílico) se puede aplicar a las superficies respectivas del material microporoso de acuerdo con métodos reconocidos en la técnica, tales como aplicación mediante pulverización, revestimiento de cortina, o revestimiento de estiramiento sobre un sustrato (por ejemplo, por medio de una cuchilla rascadora o barra de estiramiento).

- 55 En una realización, el primer y segundo revestimientos de poli(alcohol vinílico) cada uno está formado independientemente a partir de composiciones de revestimiento de poli(alcohol vinílico) acuosas. Los sólidos de la composición de revestimiento de poli(alcohol vinílico) acuosa pueden variar ampliamente, por ejemplo de un 0,1 a un 15 por ciento en peso, o de un 0,5 a un 9 por ciento en peso, en cada caso basándose en el peso total de la composición de revestimiento acuosa. El polímero de poli(alcohol vinílico) de las composiciones de revestimiento de poli(alcohol vinílico) pueden tener pesos moleculares promedio en número (Mn), por ejemplo, de 100 a 1.000.000, o de 1000 a 750.000.

- 65 El polímero de poli(alcohol vinílico) de la composición de revestimiento de poli(alcohol vinílico) puede ser un homopolímero o copolímero. El comonomero a partir del cual se puede preparar el copolímero de poli(alcohol vinílico) incluye los que se pueden copolimerizar (por medio de polimerización radicalaria) con acetato de vinilo, y

que son conocidos por el experto en la materia. Para fines de ilustración, los comonomeros a partir de los cuales se puede preparar el copolímero de poli(alcohol vinílico) incluyen, pero no se limitan a: ácido (met)acrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido crotonico, sales metálicas de los mismos, ésteres de alquilo de los mismos (por ejemplo, ésteres de alquilo C2-C10 de los mismos), ésteres de polietilenglicol de los mismos, y ésteres de polipropilenglicol de los mismos; cloruro de vinilo; tetrafluoroetileno; ácido 2-acrilamido-2-metil-propano sulfónico y sus sales; acrilamida; N-alquil acrilamida; acrilamidas sustituidas con N,N-dialquilo; y N-vinil formamida.

Para fines de ilustración no limitante, un ejemplo de composición de revestimiento de poli(alcohol vinílico) que se puede usar para formar el material microporoso revestido con poli(alcohol vinílico) de la presente invención, es CELVOL 325, que está disponible en el mercado en Sekisui Specialty Chemicals.

La primera y segunda composiciones de revestimiento de poli(alcohol vinílico) cada una puede incluir independientemente aditivos reconocidos en la técnica, tales como antioxidantes, estabilizantes de luz ultravioleta, agentes de control de flujo, estabilizantes de dispersión (por ejemplo, en el caso de dispersiones acuosas), y colorantes (por ejemplo, tintes y/o pigmentos). Por lo general, la primera y segunda composiciones de revestimiento de poli(alcohol vinílico) están libres de colorantes, y como tal son esencialmente transparentes u opacas. En las composiciones de revestimiento poli(alcohol vinílico) puede haber presencia de aditivos opcionales en cantidades individuales, por ejemplo, de un 0,01 a un 10 por ciento en peso, basándose en el peso total de la composición de revestimiento.

La matriz del material microporoso está formada esencialmente por polímero orgánico termoplástico insoluble en agua. Los números y tipos de los polímeros de ese tipo adecuados para su uso como la matriz son grandes. En general, se puede usar cualquier polímero orgánico termoplástico esencialmente insoluble en agua que se pueda extruir, tratar mediante calandrado, prensa, o enrollar en película, lámina, tira, o red. El polímero puede ser un solo polímero o puede ser una mezcla de polímeros. Los polímeros pueden ser homopolímeros, copolímeros, copolímeros aleatorios, copolímeros de bloques, copolímeros de injerto, polímeros atácticos, polímeros isotácticos, polímeros sindiotácticos, polímeros lineales, o polímeros ramificados. Cuando se usan mezclas de polímeros, la mezcla puede ser homogénea o puede estar formada por dos o más fases poliméricas.

Los ejemplos de clases de polímeros orgánicos termoplásticos esencialmente insolubles en agua adecuados incluyen poliolefinas termoplásticas, poli(olefinas sustituidas con halo), poliésteres, poliamidas, poliuretanos, poliureas, poli(haluros de vinilo), poli(haluros de vinilideno), poliestirenos, poli(ésteres de vinilo), policarbonatos, poliéteres, polisulfuros, poliimidias, polisilanos, polisiloxanos, policaprolactonas, poliacrilatos, y polimetacrilatos. Las clases híbridas a partir de las cuales se pueden seleccionar los polímeros orgánicos termoplásticos insolubles en agua incluyen, por ejemplo, poli(uretano-ureas) termoplásticas, poli(éster-amidas), poli(silano-siloxanos), y poli(éter-ésteres) se usa sin contemplación. Los ejemplos adicionales de polímeros orgánicos termoplásticos esencialmente insolubles en agua adecuados incluyen polietileno de alta densidad termoplástico, polietileno de baja densidad, polietileno de peso molecular ultraelevado, polipropileno (atáctico, isotáctico, o sindiotáctico), poli(cloruro de vinilo), politetrafluoroetileno, copolímeros de etileno y ácido acrílico, copolímeros de etileno y ácido metacrílico, poli(cloruro de vinilideno), copolímeros de cloruro de vinilideno y acetato de vinilo, copolímeros de cloruro de vinilideno y cloruro de vinilo, copolímeros de etileno y propileno, copolímeros de etileno y buteno, poli(acetato de vinilo), poliestireno, poli(ácido omega-aminoundecanoico) poli(hexametilen adipamida), poli(épsilon-caprolactama), y poli(metacrilato de metilo). La mención de estas clases y ejemplo de polímeros orgánicos termoplásticos esencialmente insolubles en agua no es exhaustiva, y se proporcionan para fines de ilustración.

Los polímeros orgánicos termoplásticos esencialmente insolubles en agua pueden incluir en particular, por ejemplo, poli(cloruro de vinilo), copolímeros de cloruro de vinilo, o mezclas de los mismos. En una realización el polímero orgánico termoplástico insoluble en agua incluye un poliolefina de peso molecular ultraelevado seleccionada entre: poliolefina de peso molecular ultraelevado (por ejemplo, poliolefina de peso molecular ultraelevado esencialmente lineal) que tiene una viscosidad intrínseca de al menos 10 decilitros/gramo; o polipropileno de peso molecular ultraelevado (por ejemplo, polipropileno de peso molecular ultraelevado esencialmente lineal) que tiene una viscosidad intrínseca de al menos 6 decilitros/gramo; o una mezcla de los mismos. En una realización particular, el polímero orgánico termoplástico insoluble en agua incluye polietileno de peso molecular ultraelevado (por ejemplo, polietileno de peso molecular ultraelevado lineal) que tiene una viscosidad intrínseca de al menos 18 decilitros/gramo.

El polietileno de peso molecular ultraelevado (UHMWPE) no es un polímero termoestable que tiene un peso molecular infinito, técnicamente se clasifica como termoplástico. Sin embargo, dado que las moléculas son esencialmente cadenas muy largas, el UHMWPE se ablanda cuando se calienta pero no fluye como un líquido fundido de una manera termoplástica normal. Se cree que las cadenas muy largas y las propiedades peculiares que proporcionan al UHMWPE contribuyen en gran medida a las propiedades deseables de los materiales microporosos fabricados usando este polímero.

Como se ha indicado anteriormente, la viscosidad intrínseca del UHMWPE es de al menos aproximadamente 10 decilitros/gramo. Normalmente la viscosidad intrínseca es de al menos aproximadamente 14 decilitros/gramo. A menudo la viscosidad intrínseca es de al menos aproximadamente 18 decilitros/gramo. En muchos casos la

viscosidad intrínseca es de al menos aproximadamente 19 decilitros/gramo. Aunque en la eliminación en particular con respecto al límite superior de la viscosidad intrínseca, la viscosidad intrínseca está frecuentemente en el intervalo de aproximadamente 10 a aproximadamente 39 decilitros/gramo. La viscosidad intrínseca a menudo está en el intervalo de aproximadamente 14 a aproximadamente 39 decilitros/gramo. En la mayoría de los casos la viscosidad intrínseca está en el intervalo de aproximadamente 18 a aproximadamente 39 decilitros/gramo. Es preferente una viscosidad intrínseca en el intervalo de aproximadamente 18 a aproximadamente 32 decilitros/gramo.

El peso molecular nominal del UHMWPE está relacionado empíricamente con la viscosidad intrínseca del polímero de acuerdo con la ecuación:

$$M(\text{UHMWPE}) = 5,3 \times 10^4 [\eta]^{1,37}$$

en la que M(UHMWPE) es el peso molecular nominal y  $[\eta]$  es la viscosidad intrínseca del polietileno UHMW expresado en decilitros/gramo.

Como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones, la viscosidad intrínseca se determina extrapolando a concentración cero las viscosidades reducidas o las viscosidades inherentes de varias soluciones diluidas del UHMWPE en las que el disolvente es decahidronaftaleno recién destilado al que se le ha añadido un 0,2 por ciento en peso, de ácido 3,5-di-terc-butil-4-hidroxihidrocinámico, éster de neopentanotetraílo [N.º de Registro CAS 6683-19-8]. Las viscosidades reducidas o las viscosidades inherentes del UHMWPE se determinan a partir de las viscosidades relativas obtenidas a 135.grados. C. Usando un viscosímetro Ubbelohde N.º 1 de acuerdo con los procedimientos generales de la norma ASTM D 4020-81, excepto porque se usan varias soluciones diluidas de diferente concentración. La norma ASTM D 4020-81 se incorpora en el presente documento como referencia en su totalidad.

En una realización, la matriz comprende una mezcla de polietileno de peso molecular ultraelevado esencialmente lineal que tiene una viscosidad intrínseca de al menos 10 decilitros/gramo, y polietileno de peso molecular menor que tiene un índice de fusión que sigue la Condición E de acuerdo con la norma ASTM D 1238-86 inferior a 50 gramos/10 minutos y un índice de fusión que sigue la Condición F de acuerdo con la norma ASTM D 1238-86 de al menos 0,1 gramos/10 minutos. El peso molecular nominal del polietileno de peso molecular menor (LMWPE) es inferior al del polietileno UHMW. El LMWPE es termoplástico y se conocen muchos tipos diferentes. Un método de clasificación es mediante densidad, expresada en gramos/centímetro cúbico y redondeando a la milésima más cercana, de acuerdo con la norma ASTM D 1248-84 (reaprobada en 1989), tal como se resume a continuación:

Tipo	Abreviatura	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )
Polietileno de Baja Densidad	LDPE	0,910-0,925
Polietileno de Densidad Media	MDPE	0,926-0,940
Polietileno de Alta Densidad	HDPE	0,941-0,965

Todos y cada uno de estos polietilenos se pueden usar como el LMWPE en la presente invención. Para algunas aplicaciones, el HDPE, se puede usar porque habitualmente tiende a ser más lineal que MDPE o LDPE. La norma ASTM D 1248-84 (Reaprobada en 1989) se incorpora, en su totalidad, en el presente documento como referencia.

Los procesos para preparar los diversos LMWPE se conocen bien y están bien documentados. Estos incluyen el proceso a presión elevada, el proceso de la Phillips Petroleum Company, el proceso de la Standard Oil Company (Indiana), y el proceso de Ziegler.

El índice de fusión que sigue la Condición E (es decir, 190.grados. C. y carga de 2,16 kilogramos) de acuerdo con la norma ASTM D 1238-86 del LMWPE es inferior aproximadamente 50 gramos/10 minutos. A menudo el índice de fusión de la Condición E es inferior a aproximadamente 25 gramos/10 minutos. Preferentemente, el índice de fusión de la Condición E es inferior a aproximadamente 15 gramos/10 minutos.

El índice de fusión de la Condición F (es decir, 190.grados. C. y carga de 21,6 kilogramos) de acuerdo con la norma ASTM D 1238-86 del LMWPE es de al menos 0,1 gramos/10 minutos. En muchos casos, el índice de fusión de la Condición F es de al menos aproximadamente 0,5 gramos/10 minutos. Preferentemente, el índice de fusión de la Condición F es de al menos aproximadamente 1,0 gramos/10 minutos.

La norma ASTM D 1238-86 se incorpora, en su totalidad, en el presente documento como referencia.

En la matriz debería estar presente una cantidad suficiente de UHMWPE y LMWPE para proporcionar sus propiedades al material microporoso. Otro polímero orgánico termoplástico también puede estar presente en la matriz siempre y cuando su presencia no influya de forma material en las propiedades del material microporoso de una forma adversa. El otro polímero termoplástico puede ser otro polímero termoplástico o puede ser más de otros

5 polímeros termoplásticos. La cantidad del otro polímero termoplástico que puede estar presente depende de la naturaleza de tal polímero. Los ejemplos de polímeros orgánicos termoplásticos que pueden estar opcionalmente presentes incluyen poli(tetrafluoroetileno), polipropileno, copolímeros de etileno y propileno, copolímeros de etileno y ácido acrílico, y copolímeros de etileno y ácido metacrílico. Si se desea, todos o una parte de los grupos carboxilo de copolímeros que contienen carboxilo se pueden neutralizar con sodio, cinc, o similares.

10 La mayoría de los casos, el UHMWPE y el LMWPE en conjunto constituyen al menos aproximadamente un 65 por ciento en peso del polímero de la matriz. A menudo el UHMWPE y el LMWPE en conjunto constituyen al menos aproximadamente un 85 por ciento en peso del polímero de la matriz. Preferentemente, el otro polímero orgánico termoplástico está esencialmente ausente de modo que el UHMWPE y el LMWPE en conjunto constituyen esencialmente un 100 por ciento en peso del polímero de la matriz.

15 El UHMWPE puede constituir al menos un por ciento en peso del polímero de la matriz, y el UHMWPE y el LMWPE en conjunto constituyen esencialmente un 100 por ciento en peso del polímero de la matriz.

20 Cuando el UHMWPE y el LMWPE en conjunto constituyen un 100 por ciento en peso del polímero de la matriz del material microporoso, el UHMWPE puede constituir una cantidad superior o igual a un 40 por ciento en peso del polímero de la matriz, tal como superior o igual a un 45 por ciento en peso, o superior o igual a un 48 por ciento en peso, o superior o igual a un 50 por ciento en peso, o superior o igual a un 55 por ciento en peso del polímero de la matriz. Además, el UHMWPE puede constituir una cantidad inferior o igual a 99 por ciento en peso del polímero de la matriz, tal como inferior o igual a un 80 por ciento en peso, o inferior o igual a un 70 por ciento en peso, o inferior o igual a un 65 por ciento en peso, o inferior o igual a un 60 por ciento en peso del polímero de la matriz. El nivel de UHMWPE que comprende el polímero de la matriz puede variar entre cualquiera de estos valores que incluyen los valores mencionados.

25 De forma análoga, cuando el UHMWPE y el LMWPE en conjunto constituyen un 100 por ciento en peso del polímero de la matriz del material microporoso, el LMWPE puede constituir una cantidad superior o igual a un 1 por ciento en peso del polímero de la matriz, tal como superior o igual a un 5 por ciento en peso, o superior o igual a un 10 por ciento en peso, o superior o igual a un 15 por ciento en peso, o superior o igual a un 20 por ciento en peso, o superior o igual a un 25 por ciento en peso, o superior o igual a un 30 por ciento en peso, o superior o igual a un 35 por ciento en peso, o superior o igual a un 40 por ciento en peso, o superior o igual a un 45 por ciento en peso, o superior o igual a un 50 por ciento en peso, o superior o igual a un 55 por ciento en peso del polímero de la matriz. Además, el LMWPE puede constituir una cantidad inferior o igual a un 70 por ciento en peso del polímero de la matriz, tal como inferior o igual a un 65 por ciento en peso, o inferior o igual a un 60 por ciento en peso, o inferior o igual a un 55 por ciento en peso, o inferior o igual a un 50 por ciento en peso, o inferior o igual a un 45 por ciento en peso del polímero de la matriz. El nivel del LMWPE puede variar entre cualquiera de estos valores que incluyen los valores mencionados.

30 Se debería observar que para cualquiera de los materiales microporosos de la presente invención que se han descrito anteriormente, el LMWPE puede comprender polietileno de alta densidad.

35 El material microporoso también incluye un material de carga formada por partículas esencialmente insoluble en agua finamente divididas. El material de carga formada por partículas puede incluir un material formado por partículas orgánicas y/o un material formado por partículas inorgánicas. El material de carga formada por partículas por lo general no está coloreado, por ejemplo, el material de carga formada por partículas es un material de carga formada por partículas de color blanco o blanquecino, tal como un material formado por partículas de sílice o de arcilla.

40 Las partículas de carga esencialmente insolubles en agua finamente divididas constituyen de un 20 a un 90 por ciento en peso del material microporoso. Por ejemplo, tales partículas de carga constituyen de un 20 a un 90 por ciento en peso del material microporoso, tal como de un 30 por ciento a un 90 por ciento en peso del material microporoso, o de un 40 a un 90 por ciento en peso del material microporoso, o de un 40 a un 85 por ciento en peso del material microporoso, o de un 50 a un 90 por ciento en peso del material microporoso e incluso de un 60 por ciento a un 90 por ciento en peso del material microporoso.

45 El material de carga formada por partículas esencialmente insolubles en agua finamente divididas se puede presentar en forma de partículas principales, agregados de partículas principales, o una combinación de ambos. Al menos aproximadamente un 90 por ciento en peso de la carga usada en la preparación del material microporoso tiene tamaños de partícula totales en el intervalo de 0,5 a aproximadamente 200 micrómetros, tal como de 1 a 100 micrómetros, como se determina mediante el uso de un instrumento de tamaño de partícula mediante difracción láser, LS230 de Beckman Coulton, capaz de medir diámetros de partícula tan pequeños como 0,04 micrómetros. Por lo general, al menos un 90 por ciento en peso de la carga formada por partículas tiene tamaños de partículas totales en el intervalo de 10 a 30 micrómetros. Los tamaños de los aglomerados de carga se pueden reducir durante el procesamiento de los ingredientes usados para preparar el material microporoso. Por consiguiente, la distribución de los tamaños de partículas totales en el material microporoso pueden ser más pequeños que en la propia carga sin procesar.

Los ejemplos no limitantes de materiales formados por partículas orgánicas e inorgánicas adecuados, que se pueden usar en el material microporoso de la presente invención, incluyen los que se describen en el documento de Patente de Estados Unidos N.º 6.387.519 B1 en la columna 9, línea 4 a la columna 13, línea 62.

- 5 En una realización particular de la presente invención, en el material de carga formada por partículas comprende materiales silíceos. Los ejemplos no limitantes de cargas silíceas que se pueden usar para preparar el material microporoso incluyen sílice, mica, montmorillonita, caolinita, nanoarcillas tales como cloisite disponible en Southern Clay Products, talco, tierra de diatomeas, vermiculita, zeolitas naturales y sintéticas, silicato de calcio, silicato de aluminio, silicato de sólido y aluminio, polisilicato de aluminio, geles de alúmina y sílice y partículas de vidrio.
- 10 Además de las cargas silíceas, también se pueden opcionalmente usar otras cargas esencialmente insolubles en agua formadas por partículas finamente divididas. Los ejemplos no limitantes de las cargas formadas por partículas opcionales de ese tipo incluyen negro de carbono, carbón vegetal, grafito, óxido de titanio, óxido de hierro, óxido de cobre, óxido de cinc, óxido de antimonio, circonia, magnesia, alúmina, disulfuro de molibdeno, sulfuro de cinc, sulfato de bario, sulfato de estroncio, carbonato de calcio, y carbonato de magnesio. En una realización no limitante, la carga silícea puede incluir sílice y cualquiera de las arcillas que se han mencionado anteriormente. Los ejemplos no limitantes de sílices incluyen sílice precipitada, gel de sílice, sílice ahumada, y combinaciones de las mismas.

El gel de sílice por lo general se produce en el mercado acidificando una solución acuosa de un silicato de metal soluble, por ejemplo, silicatos sódico a pH bajo con ácido. El ácido usado generalmente es un ácido mineral fuerte tal como ácido sulfúrico o ácido clorhídrico, aunque se puede usar dióxido de carbono. En la medida en la que esencialmente no hay diferencia de densidad entre la fase de gel y la fase líquida circundante mientras que la viscosidad es baja, la fase de gel no se sedimenta, es decir, no precipita. En consecuencia, el gel de sílice se puede describir como una red tridimensional, rígida, coherente, no precipitada de partículas contiguas de sílice amorfa coloidal. El estado de subdivisión varía desde masas sólidas, grandes a partículas submicroscópicas, y el grado de hidratación de sílice casi anhidra a masas gelatinosa blandas que contienen del orden de 100 partes de agua por parte de sílice en peso.

La sílice precipitada por lo general se produce en el mercado combinando una solución acuosa de un silicato de metal soluble, normalmente silicato de metal alcalino tal como silicatos sódico, y un ácido de modo que las partículas de sílice coloidal crecerán en una solución débilmente alcalina y se coagularán mediante los iones de metal alcalino de la sal de metal alcalino soluble resultante. Se pueden usar diversos ácidos, que incluyen, pero no se limitan a, ácidos minerales. Los ejemplos no limitantes de ácidos que se pueden usar incluyen ácido clorhídrico y ácido sulfúrico, pero también se puede usar dióxido de carbono para producir sílice precipitada. En ausencia de un coagulante, la sílice no precipita de la solución a cualquier pH. En una realización no limitante, el coagulante usado para realizar la precipitación de la sílice puede ser la sal de metal alcalino soluble producida durante la formación de las partículas de sílice coloidal, o puede ser un electrolito añadido, tal como una sal inorgánica u orgánica solubles, o puede ser una combinación de ambas.

Las sílices precipitadas están disponibles en muchas calidades y formas en PPG Industries, Inc. éstas sílice se comercializan con el nombre de marca comercial Hi-Sil®.

Para fines de la presente invención, la carga silícea esencialmente insoluble en agua formada por partículas finamente divididas puede comprender al menos un 50 por ciento en peso (por ejemplo, al menos un 65, al menos un 75 por ciento en peso), o al menos un 90 por ciento en peso del material de carga esencialmente insoluble en agua. La carga silícea puede comprender de un 50 a un 90 por ciento en peso (por ejemplo, de un 60 a un 80 por ciento en peso) del material de carga formada por partículas, o la carga silícea puede comprender esencialmente todos los materiales de carga formada por partículas esencialmente insolubles en agua.

La carga formada por partículas (por ejemplo, la carga silícea) por lo general tiene un área superficial elevada que permite que la carga y de una gran parte de la composición de clasificación de procesamiento usada para producir el material microporoso de la presente invención. Las partículas de carga son esencialmente insolubles en agua y también pueden ser esencialmente insolubles en cualquier líquido de procesamiento orgánico usado para preparar el material microporoso. Esto puede facilitar la retención de la carga formada por partículas dentro del material microporoso.

El material microporoso de la presente invención también puede incluir cantidades menores (por ejemplo, inferiores o iguales a un 5 por ciento en peso, basándose en el peso total del material microporoso) de otros materiales usados en procesamiento, tales como lubricante, clasificando de procesamiento, líquido de extracción orgánico, agua, y similares. Los materiales adicionales introducidos para fines en particular, tales como estabilidad térmica, ultravioleta y dimensional, pueden estar opcionalmente presentes en el material microporoso en cantidades pequeñas (por ejemplo, inferior o igual a un 15 por ciento en peso, basándose en el peso total del material microporoso). Los ejemplos de los materiales adicionales de ese tipo incluyen, pero no se limitan a, antioxidantes, absorbentes de luz ultravioleta, fibras de refuerzo tales como hebra de fibra de vidrio picada, y similares. El equilibrio del material microporoso, que excluye la carga y cualquier revestimiento, tinta de impresión, o agente impregnante aplicado para uno o más fines especiales esencialmente el polímero orgánico termoplástico.

El material microporoso de la presente invención, también incluye una red de poros interconectados, que se comunican esencialmente a través del material microporoso. Sobre una base sin revestimiento, sin tinta de impresión y sin agente impregnante, los poros por lo general constituyen de un 35 a un 95 por ciento en volumen, basándose en el volumen total del material microporoso, cuando se fabrican con los procesos que se han descrito  
 5 adicionalmente en el presente documento. Los poros pueden constituir de un 60 a un 75 por ciento en volumen del material microporoso, basándose en el volumen total del material microporoso. Como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones, la porosidad (también conocida como volumen de hueco) del material microporoso, expresada como porcentaje en volumen, se determina de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$10 \quad \text{Porosidad} = 100[1 - d_1 / d_2]$$

en la que,  $d_1$  es la densidad de la muestra, que se determina a partir del peso de la muestra y del volumen de la muestra tal como se determina para mediciones de las dimensiones de la muestra; y  $d_2$  es la densidad de la parte sólida de la muestra, que se determina a partir del peso de la muestra y el volumen de la parte sólida de la muestra.  
 15 El volumen de la parte sólida del material microporoso se determina usando un estereopícnómetro Quantachrome (Quantachrome Corp.) de acuerdo con el manual de instrucciones que acompaña al instrumento.

El diámetro promedio en volumen de los poros del material microporoso se determina mediante porosimetría de mercurio usando un porosímetro de mercurio Autoscan (Quantachrome Corp.) de acuerdo con el manual de instrucciones que acompaña al instrumento. El radio del poro promedio en volumen para un solo barrido se determina automáticamente con el porosímetro. Cuando el porosímetro está funcionando, se realiza un barrido en el intervalo de presiones elevadas (de 138 kilopascales absolutos a 227 megapascales absolutos). Si un 2 por ciento o menos del volumen introducido total se produce en el extremo inferior (de 138 a 250 kilopascales absolutos) del intervalo de presión elevada, el diámetro del poro promedio en volumen se toma como dos veces el radio del poro promedio en volumen determinado con el porosímetro. De otro modo, un barrido adicional se realiza en el intervalo de presiones bajas (de 7 a 165 kilopascales absolutos) y el diámetro del poro promedio en volumen se calcula de acuerdo con la ecuación:

$$20 \quad d = 2 [v_1 r_1 / w_1 + V_2 r_2 / w_2] / [v_1 / w_1 + v_2 / w_2]$$

en la que,  $d$  es el diámetro del poro promedio en volumen;  $v_1$  es el volumen total de mercurio introducido en el intervalo de presiones elevadas;  $v_2$  es el volumen total de mercurio introducido en el intervalo de presiones bajas;  $r_1$  el radio del poro promedio en volumen determinado a partir del barrido a presión elevada;  $r_2$  es el radio del poro promedio en volumen determinado a partir del barrido de presión baja;  $w_1$  es el peso de la muestra sometida al barrido de presión elevada; y  $w_2$  es el peso de la muestra sometida al barrido de presión baja.  
 35

Generalmente en una base y sin revestimiento, sin tinta de impresión y sin agente impregnante, el diámetro promedio en volumen de los poros del material microporoso es de al menos 0,02 micrómetros, por lo general al menos 0,04 micrómetros, y más habitualmente al menos 0,05 micrómetros. Sobre la misma base, el diámetro promedio en volumen de los poros del material microporoso también es por lo general inferior o igual a 0,5 micrómetros, más habitualmente inferior o igual a 0,3 micrómetros, y además por lo general inferior o igual a 0,25 micrómetros. El diámetro promedio en volumen de los poros, sobre esta base, puede variar entre cualquiera de estos valores, incluyendo los valores mencionados. Por ejemplo, el diámetro promedio en volumen de los poros del material microporoso puede variar de 0,02 a 0,5 micrómetros, o de 0,04 a 0,3 micrómetros, o de 0,05 a 0,25 micrómetros, en cada caso incluyendo los valores mencionados.  
 40  
 45

En el transcurso de la determinación del diámetro del poro promedio en volumen por medio del procedimiento que se ha descrito anteriormente, también se puede determinar el radio máximo del poro detectado. Esto se toma a partir del barrido en el intervalo de presiones bajas, si se realiza; de otro modo, se toma a partir del barrido en el intervalo de presiones elevada. El diámetro máximo del poro del material microporoso por lo general es dos veces el radio máximo del poro.  
 50

Los procesos de revestimiento, impresión e impregnación pueden dar como resultado la carga de al menos algunos de los poros del material microporoso. Además, los procesos de este tipo también pueden comprimir el material microporoso de forma irreversible. Por consiguiente, los parámetros con respecto a porosidad, diámetro de los poros promedio en volumen, y diámetro máximo del poro se determinan para el material microporoso antes de la aplicación de uno o más de estos procesos.  
 55

Para producir los materiales microporosos de la presente invención se pueden usar numerosos procesos reconocidos en la técnica. Por ejemplo, el material microporoso de la presente invención se puede preparar mezclando en conjunto partículas de carga, polímero orgánico termoplástico en polvo, procesando el agente plastificante y cantidades menores de lubricante y antioxidante, hasta que se obtiene una mezcla esencialmente uniforme. La proporción de peso de carga formada por partículas con respecto al polímero en polvo usada para formar la mezcla esencialmente la misma a la del material microporoso que se va a producir. La mezcla, junto con agente plastificante de procesamiento adicional, por lo general se introduce en el cilindro de una extrusora de tornillo. Unido al extremo terminal de la extrusora se encuentra un troquel de laminado. Una lámina continua formada  
 60  
 65

con el troquel se envía sin extraer a un par de rodillos de calandrado calentados que actúan conjuntamente para formar una lámina continua de menor grosor que la lámina continua que sale del troquel. El nivel de agente plastificante de procesamiento presente en la lámina continua en este punto en el proceso puede variar ampliamente. Por ejemplo, el nivel de agente plastificante de procesamiento presente en la lámina continua, antes de su extracción como se describe a continuación en el presente documento, puede ser superior o igual a un 30 por ciento en peso de la lámina continua, tal como superior o igual a un 40 por ciento en peso, o superior o igual a un 45 por ciento en peso de la lámina continua antes de su extracción. Además, la cantidad de agente plastificante de procesamiento presente en la lámina continua antes de su extracción puede ser inferior o igual a un 70 por ciento en peso de la lámina continua, tal como inferior o igual a un 65 por ciento en peso, o inferior o igual a un 60 por ciento en peso de la lámina continua antes de su extracción. El nivel de agente plastificante de procesamiento presente en la lámina continua en este punto en el proceso, antes de su extracción, puede variar entre cualquiera de estos valores incluyendo los valores mencionados.

La lámina continua del aparato de laminado se pasa a continuación a una primera zona de extracción en la que el agente plastificante de procesamiento se retira esencialmente mediante extracción con un líquido orgánico, que es un buen disolvente para el agente plastificante de procesamiento, un mal disolvente para el polímero orgánico, y más volátil que el agente plastificante de procesamiento. Normalmente, pero no necesariamente, tanto el agente plastificante de procesamiento como líquido de extracción orgánico son esencialmente inmiscibles con agua. A continuación la lámina continua pasa a una segunda zona de extracción en la que el líquido de extracción orgánico residual se retira esencialmente con vapor y/o agua. La lámina continua a continuación se pasa a través de una secadora de aire forzado para eliminación sustancial del agua residual y del líquido de extracción orgánico residual. Desde la secadora, la lámina continua, que es material microporoso, se pasa a un rodillo de recogida.

El agente plastificante de procesamiento es un líquido a temperatura ambiente y normalmente es un aceite de procesamiento tal como aceite parafínico, aceite nafténico, o aceite aromático. Los aceites de procesamiento adecuados incluyen los que satisfacen los requisitos de la norma ASTM D 2226-82, Tipos 103 y 104. Más habitualmente, los aceites de procesamiento tienen un punto de fluencia inferior a 220 °C de acuerdo con la norma ASTM D 97-66 (reaprobada en 1978), se usan para producir el material microporoso de la presente invención. Los agentes plastificantes de procesamiento útiles para preparar el material microporoso de la presente invención se discuten con detalles adicionales en el documento de Patente de Estados Unidos N.º 5.326.391 en la columna 10, líneas 26 a 50, cuya divulgación se incorpora en el presente documento como referencia.

En una realización de la presente invención, la composición de agente plastificante de procesamiento usada para preparar el material microporoso tiene un efecto de solvatación pequeño sobre la poliolefina a 60 °C, y solamente un efecto de solvatación moderado a temperaturas elevadas del orden de 100 °C. La composición de agente plastificante de procesamiento generalmente es un líquido a temperatura ambiente. Los ejemplos no limitantes de aceites de procesamiento que pueden usar pueden incluir aceite SHELLFLEX® 412, aceite SHELLFLEX® 371 (Shell Oil Co.), que son aceites refinados e hidrotratados con disolvente obtenidos a partir de aceites crudos nafténicos, aceite ARCOprime® 400 (Atlantic Richfield Co.) y aceite KAYDOL® (Witco Corp.), que son aceites minerales blancos. Otros ejemplos no limitantes de agentes plastificantes de procesamiento pueden incluir agentes plastificantes éster de ftalato, tales como ftalato de dibutilo, ftalato de bis(2-etilhexilo), ftalato de diisodécilo, ftalato de dicitlohexilo, ftalato de butil bencilo, y ftalato de ditridecilo. Para preparar el material microporoso de la presente invención se pueden usar mezclas de cualquiera de los agentes plastificantes de procesamiento.

Existen muchos líquidos de extracción orgánicos que se pueden usar para preparar el material microporoso de la presente invención. Los ejemplos de otros líquidos de extracción orgánicos adecuados incluyen los que se describe en el documento de Patente de Estados Unidos N.º 5.326.391 en la columna 10, líneas 51 a 57.

La composición de fluido de extracción puede comprender hidrocarburos halogenados, tales como hidrocarburos clorados y/o hidrocarburos fluorados. En particular, la composición de fluido de extracción puede incluir hidrocarburo(s) halogenado(s) y tiene un término de Coulomb de solubilidad calculado ( $\delta_{clb}$ ) que varía de 4 a 9 ( $Jcm^3$ )<sup>1/2</sup>. Los ejemplos no limitantes de hidrocarburo(s) halogenado(s) adecuados como la composición de fluido de extracción para su uso en la producción del material microporoso de la presente invención pueden incluir uno o más azeótropos de hidrocarburos halogenados seleccionados entre trans-1,2-dicloroetileno, 1,1,1,2,2,3,4,5,5,5-decafluoropentano, y/o 1,1,1,3,3-pentafluorobutano. Los materiales de ese tipo están disponibles en el mercado como VERTREL MCA (un azeótropo binario de 1,1,1,2,2,3,4,5,5,5-dihidrodcafluoropentano y trans-1,2-dicloroetileno: 62%/38%) y VERTREL CCA (un azeótropo ternario de 1,1,1,2,2,3,4,5,5,5-dihidrodcafluoropentano, 1,1,1,3,3-pentafluorobutano, y trans-1,2-dicloroetileno: 33%/28%/39%) ambos disponibles en MicroCare Corporation.

El contenido de agente plastificante de procesamiento residual de material microporoso de acuerdo con la presente invención normalmente es inferior a un 10 por ciento en peso, basándose en el peso total del material microporoso, y esta cantidad se puede reducir adicionalmente mediante extracciones adicionales usando el mismo líquido de extracción orgánico uno diferente. A menudo el contenido de agente plastificante de procesamiento residual es inferior a un 5 por ciento en peso, basándose en el peso total del material microporoso, y esta cantidad se puede reducir adicionalmente mediante extracciones adicionales.

El material microporoso de la presente invención también se puede producir de acuerdo con los principios y procedimientos generales de los documentos de Patente de Estados Unidos N.ºs 2.772.322; 3.696.061; y/o 3.862.030. Estos principios y procedimientos se pueden aplicar en particular cuando el primero de la matriz es o predominantemente es poli(cloruro de vinilo) o un copolímero que contiene una gran proporción de cloruro de vinilo polimerizado.

Los materiales microporosos producidos con los procesos que se han descrito anteriormente se pueden estirar opcionalmente. El estiramiento del material microporoso por lo general da como resultado tanto un aumento del volumen de hueco del material, como la formación de regiones con un aumento o una mejora de la orientación molecular. Como se sabe en la técnica, muchas de las propiedades físicas del polímero orgánico termoplástico molecularmente orientado, incluyendo resistencia a la tracción, módulo de tracción, módulo de Young, y otros, se diferencian (por ejemplo, considerablemente) de los del polímero orgánico termoplástico correspondiente que tiene una orientación molecular pequeña o ninguna. El estiramiento por lo general se consigue después de la eliminación sustancial del agente plastificante de procesamiento como se ha descrito anteriormente.

Las personas con experiencia en la materia conocen bien diversos tipos de aparatos y procesos de estiramiento, y se pueden usar para conseguir el estiramiento del material microporoso de la presente invención. El estiramiento de los materiales microporosos se describe con detalles adicionales en el documento de Patente de Estados Unidos N.º 5.326.391 en la columna 11, línea 45 a 13, línea 13.

La presente invención se describe más particularmente en los ejemplos que siguen a continuación, que solamente pretenden ser ilustrativos, ya que numerosas modificaciones y variaciones en los mismos serán evidentes para las personas con experiencia en la materia. A menos que se especifique de otro modo, todas las partes y porcentajes son en peso.

### **Ejemplos**

En la Parte 1 de los siguientes ejemplos, se describen los materiales y métodos usados para preparar las mezclas a modo de Ejemplo y Comparativas preparadas en la planta piloto se presentan en la Tabla 1 y las mezclas a modo de Ejemplo preparadas en el proceso de aumento a escala y muestras comerciales Comparativas se presentan en la Tabla 2. En la Parte 2, se describen los métodos usados para extruir, trabajar con calandra y extraer las láminas preparadas a partir de las mezclas de la Parte 1 y Parte 2. En la Parte 3, se describen los métodos usados para determinar las propiedades físicas que se indican en las Tablas 3 y 4. En las Partes 4A y 4B, las formulaciones de revestimiento usadas se indican en las Tablas 5 y 7 y las propiedades de las láminas revestidas se indican en las Tablas 6 y 8. En la Parte 5, los resultados del Ensayo de Acetato de Bencilo para los productos de las Tablas 1, 2, 6 y 8 se indican en las Tablas 9, 10, 11 y 12.

### PARTE 1 - PREPARACIÓN DE LA MEZCLA

Los ingredientes secos se pesaron en una mezcladora de hojas de arado FM-130D Littleford con una cuchilla mezcladora de estilo cortadora de alta intensidad en el orden y cantidades (gramos (g)) que se especifican en la Tabla I. Los ingredientes secos se mezclaron previamente durante 15 segundos usando solamente las cuchillas de arado. El aceite del proceso se bombeó a continuación a través de una bomba de mano mediante una boquilla de pulverización en la parte superior de la mezcladora, solamente con las cuchillas de arado trabajando. El tiempo de bombeo para los ejemplos variaba entre 45-60 segundos. La cuchilla cortadora de alta intensidad se activó, junto con las cuchillas de arado, y la mezcla se mezcló durante 30 segundos. La mezcladora se detuvo y los lados internos de la mezcladora se rasparon para asegurar de que todos los ingredientes se mezclaban uniformemente. La mezcladora se volvió a activar tanto con la cortadora de alta intensidad como con las cuchillas de arado activadas, y la mezcla se mezcló durante un periodo adicional de 30 segundos. La mezcladora se desactivó y la mezcla se retiró a un recipiente de almacenamiento.

TABLA 1

Muestras	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8	Ej. 11	CE 1	CE 2	CE 3	CE 4	CE 5
Silice HiSil 135 (a)	1393	1393	1393	1393	0	0	1814	1814	1814	1393	1393	2270	2270	2270
Silice Inhibil (b)	0,0	0,0	0,0	0,0	1816	1816	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
CaCO <sub>3</sub> ©	544,3	544,3	544,3	544,3	709,0	709,0	0,0	0,0	0,0	544,3	544,3	0,0	0,0	0,0
TiO <sub>2</sub> (d)	90,7	90,7	90,7	90,7	118,0	118,0	87,3	87,3	87,3	90,7	90,7	91,0	91,0	91,0
UHMWPE (e)	515,3	515,3	515,3	515,3	581,0	671,0	592,0	592,0	592,0	515,3	515,3	560,0	285,0	654,0
HDPE (f)	475,4	475,4	475,4	475,4	710,0	619,0	129,0	0,0	0,0	475,4	475,4	560,0	654,0	654,0
LDPE (g)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	664,5	793,5	793,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Antioxidante (h)	14,5	14,5	14,5	14,5	18,9	18,9	20,1	20,1	20,1	14,5	14,5	7,7	7,7	7,7
Lubricante (i)	14,5	14,5	14,5	14,5	18,9	18,9	21,6	21,6	21,6	14,5	14,5	22,7	22,7	22,7
Polipropileno (j)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	185,0	370,0	0,0
CFA (k)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	194,7
Nanoarcilla MB (l)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	194,7
Aceite de mezcla (m)	2841	2841	2841	2841	931	885	2836	2836	2836	2841	2841	3655	3851	3850
Aceite de proceso (%)	47,8 %	48,0 %	49,8 %	52,6 %	47,8 %	47,2 %	53,3 %	56,0 %	52,4 %	55,9 %	57,4 %	60,5 %	59,6 %	57,7 %

(a) Silice precipitada HI-SIL® 135 de PPG Industries, Inc.

(b) Silice precipitada INHIBIL75 de PPG Industries, Inc.

(c) Carbonato cálcico de Camel White

(d) Dióxido de titanio TITPURE® R-103 de E.I. du Pont de Nemours and Company

(e) Polietileno de Peso Molecular Ultra Elevado (UHMWPE) GUR® 4130, de Ticona Corp.

(f) Polietileno de Alta Densidad (HDPE) FINA® 1288, de Total Petrochemicals

(g) LDPE Petrothene® NA206000 de Lyondell Basell

(h) Antioxidante CYANOX® 1790 de Cytec Industries, Inc.

(i) Lubricante de estearato cálcico, calidad técnica

(j) Se usó Copolímero de Polipropileno PRO-FAX® 7523 de Ashland Distribution.

(k) Espuma PE MB, un agente espumante químico de Amacet Corporation

(l) Nanoarcilla materbatch de HDPE NanoMax® de Nanacor

(m) Aceite de proceso Tuffio® 6056 de PPC Lubricants

Los Ejemplos 10-18 con aumento de escala se prepararon con un tamaño de lote con aumento de escala en planta usando equipo a escala de producción similar al equipo y procedimientos que se han descrito anteriormente. Las muestras con aumento de escala se prepararon a partir de una mezcla de ingredientes que se indican en la Tabla 2 como el peso por ciento de la mezcla total.

5

TABLA 2

Ingredientes	Ej. 10	Ej. 11	Ej. 12	Ej. 13	Ej. 14	Ej. 15	Ej. 16	Ej. 17	Ej. 18
HiSil® 135 (a)	23,66	23,66	23,66	23,66	24,77	24,77	24,77	24,77	24,77
CaCO <sub>3</sub> (c)	9,24	9,24	9,24	9,24	9,68	9,68	9,68	9,68	9,68
TiO <sub>2</sub> (d)	1,54	1,54	1,54	1,54	1,61	1,61	1,61	1,61	1,61
UHMWPE (e)	8,75	8,75	8,75	8,75	9,16	9,16	9,16	8,45	8,45
HDPE (f)	8,07	8,07	8,07	8,07	8,45	8,45	8,45	9,16	9,16
Antioxidante (h)	0,25	0,25	0,25	0,25	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26
Lubricante (i)	0,25	0,25	0,25	0,25	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26
Aceite de Mezcla (m)	48,24	48,24	48,24	48,24	45,81	45,81	45,81	45,81	45,81

## PARTE 2 - EXTRUSIÓN, CALANDRADO Y EXTRACCIÓN

- 10 Las mezclas de los Ejemplos 1-9 y Ejemplos Comparativos 1-5 se extruyeron y se sometieron a calandrado en forma de lámina final usando un sistema de extrusión que incluía un sistema de alimentación, extrusión y calandrado como se describe a continuación. Una pérdida gravimétrica en el peso del sistema de alimentación (modelo N.º K2MLT35D5 de K-tron) se usó para alimentar cada una de las respectivas mezclas en una extrusora de doble tornillo de 27 mm (el N.º modelo era Leistritz Micro-27gg). El cuerpo de la extrusora está formado por ocho zonas de temperatura y un adaptador calentado con respecto al troquel de la lámina. El puerto de alimentación de la mezcla de extrusión estaba situado justo antes de la primera zona de temperatura. Una ventilación atmosférica se situó en la tercera zona de temperatura. Una ventilación de vacío se situó en la séptima zona de temperatura.
- 15 La mezcla se alimentó en la extrusora a una tasa de 90 g/minuto. También se inyectaba aceite de procesamiento adicional en la primera zona de temperatura, si era necesario, para conseguir el contenido de aceite total deseado en la lámina extruida. El aceite contenido en la lámina extruida (fracción extruida) que se estaba descargando desde la extrusora se denomina en el presente documento "porcentaje de peso de aceite extruido".
- 20 La fracción extruida del cuerpo se descargó en un troquel Masterflex® de lámina ancha de 15 centímetros con una abertura de descarga de 1,5 milímetros. La temperatura de fusión de extrusión era 203-210 °C y el rendimiento era de 7,5 kilogramos por hora.
- 25 El proceso de calandrado se consiguió usando una pila de calandrado vertical de tres rodillos con un punto de intersección y un rodillo de refrigeración. Cada uno de los rollos tenía una superficie cromada. Las dimensiones del rodillo eran aproximadamente 41 cm de longitud y 14 cm de diámetro. La temperatura máxima del rodillo se mantuvo entre 135 °C y 140 °C. La temperatura media del rodillo se mantuvo entre 140 °C y 145 °C. El rodillo inferior era un rodillo de enfriamiento en el que la temperatura se mantuvo entre 10-21 °C. La fracción extruida se calandró en forma de lámina y se pasó sobre el rodillo inferior enfriado con agua y se enrolló.
- 30 Una muestra de lámina cortada hasta un ancho de hasta 25,4 cm y una longitud de 305 cm se enrolló y se colocó en un cartucho y se expuso a 1,1,2-tricloroetileno líquido caliente durante aproximadamente 7-8 horas para extraer el aceite de la muestra de lámina. A partir de ese momento, la lámina extraída se secó al aire y se sometió a métodos de ensayo que se describen en lo sucesivo en el presente documento.
- 35 Las mezclas de los Ejemplos 10-18 con Aumento de Escala se extruyeron y se caldronaron en forma de lámina final usando un sistema de extrusión y proceso de extracción de aceite que era una versión de producción ajustada del sistema que se ha descrito anteriormente, realizada como se describe en el documento de Patente de Estados Unidos N.º 5.196.262, en la columna 7, línea 52, a la columna 8, línea 47. Las láminas finales se sometieron a ensayo para parámetros físicos usando los métodos de ensayo que se han descrito anteriormente en la Parte 3. Los Ejemplos Comparativos 6-10 eran productos microporosos disponibles en el mercado identificados como sigue a continuación: CE 6 era TESLIN® Digital; CE 7 era TESLIN® SP 10 mil; CE 8 era TESLIN® SP 14 mil; y CE 9 era TESLIN® SP 12 mil.
- 40
- 45

PARTE 3 - ENSAYO Y RESULTADOS

Las propiedades físicas se midieron en las películas extraídas y secas y los resultados obtenidos se presentan en las Tablas 3 y 4. El porcentaje de aceite de la fracción extruida se midió usando un extractor Soxhlet. La determinación del porcentaje de aceite de la fracción extruida se realizó usando una muestra de ensayo de lámina de la fracción extruida sin extracción previa. Una muestra de ensayo de la muestra de aproximadamente 2,25 x 5 pulgadas (5,72 cm x 12,7 cm) se pesó y se registró en cuatro puntos decimales. Cada muestra de ensayo a continuación se enrolló en un cilindro y se colocó el aparato de extracción Soxhlet y se extrajo durante aproximadamente 30 minutos usando tricloroetileno (TCE) como disolvente. Las muestras de ensayo a continuación se retiraron y se secaron. Las muestras de ensayo extraídas y secas a continuación se pesaron. Los valores de porcentaje en peso de aceite (fracción extruida) se calcularon como sigue a continuación: % en Peso de Aceite = (peso inicial - peso extraído) x 100 / peso inicial.

El grosor se determinó usando un calibre de grosor EG-225 de Ono Sokki. Dos muestras de ensayo de 4,5 x 5 pulgadas (11,43 cm x 12,7 cm) se cortaron a partir de cada muestra y el grosor para cada muestra de ensayo se midió en nueve sitios (al menos  $\frac{3}{4}$  de una pulgada (1,91 cm) desde cada borde). El promedio aritmético de las lecturas se registró en mils con respecto a 2 puntos decimales y se convirtió en micrómetros.

La densidad de los ejemplos que se han descrito anteriormente se determinó dividiendo el peso anhidro promedio de dos muestras de ensayo que medían 4,5 x 5 pulgadas (11,43 cm x 12,7 cm) que se cortaron a partir de cada muestra entre el volumen promedio de esas muestras de ensayo. El volumen promedio se determinó llevando a ebullición las dos muestras de ensayo en agua desionizada durante 10 minutos, retiran de colocando las dos muestras de ensayo en agua desionizada a temperatura ambiente, pesando cada muestra de ensayo suspendida en agua desionizada después de haberse equilibrado a temperatura ambiente y pesando cada muestra de ensayo de nuevo en aire después de que el agua superficial se hubiera retirado por transferencia. El volumen promedio de las muestras de ensayo se calculó como sigue a continuación:

$$\text{Volumen (prom.)} = [(\text{peso de muestras de ensayo ligeramente transferidas pesadas en aire} - \text{suma de pesos sumergidos}) \times 1,002] / 2$$

El peso anhidro se determinó pesando cada una de las dos muestras de ensayo en una balanza analítica y multiplicando ese peso por 0,98 ya que se suponía que las muestras de ensayo contenían una humedad de un 2 por ciento.

La Porosidad que se presenta en las Tablas 3 y 4 se determinó usando un densímetro Gurley, modelo 4340, fabricado por GPI Gurley Precision Instruments de Troy, Nueva York. La Porosidad indicada era una medida de la tasa de flujo de aire a través de una muestra o su resistencia a un flujo de aire a través de la muestra. La unidad de medida es un "segundo Gurley" y representa el tiempo en segundos para que pasen 100 cc (0,1 l) de aire a través de a 1 pulgada por área al cuadrado (2,54 cm por área al cuadrado) usando una presión diferencial de 4,88 pulgadas (12,4 cm) de agua. Los valores más bajos equivalen a una menor resistencia al flujo de aire (se permite que pase más aire libremente). Las mediciones se completaron mediante el procedimiento que se indica en el manual, MODEL 4340 Automatic Densometer y Smoothness Tester Instruction Manual. Para los principios básicos de la medición también se hace referencia al método TAPPI T 460 om-06-Air Resistance of Paper.

TABLA 3

Propiedad	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8	Ej. 9	CE 1	CE 2	CE 3	CE 4	CE 5
Grosor de la Lámina (µm)	262	264	264	262	371	419	173	155	173	260	246	174	160	169
P. del Aceite Extruido %	47,8 %	48,0 %	49,8 %	52,6 %	47,8 %	47,2 %	53,5 %	56,0 %	52,4 %	55,9 %	57,4 %	60,5 %	59,6 %	57,7 %
Densidad (g/cc)	0,764	0,828	0,755	0,707	0,892	0,901	0,646	0,612	0,701	0,750	0,695	0,584	0,659	0,620
Porosidad (Seg. Gurley)	2148	2161	2009	1988	1685	1730	3787	3735	4155	1842	1517	1473	1309	1410

TABLA 4

Propiedad	Ej. 10	Ej. 11	Ej. 12	Ej. 13	Ej. 14	Ej. 15	Ej. 16	Ej. 17	Ej. 18	CE 6	CE 7	CE 8	CE 9	CE 10
Grosor de la Lámina (µm)	291	293	269	286	289	288	278	277	284	284	157	250	359	306
P. del Aceite Extruido %	58,0 %	57,6 %	58,0 %	57,1 %	55,0 %	53,5 %	54,0 %	54,0 %	53,0 %	---	---	---	---	---
Densidad (g/cc)	0,795	0,804	0,809	0,815	0,818	0,882	0,835	0,835	0,862	0,719	0,607	0,677	0,691	0,672
Porosidad (Seg. Gurley)	2877	3017	3395	3208	2800	2872	3048	2849	3102	5983	1867	3659	4110	4452

PARTE 4 A - FORMULACIONES DE REVESTIMIENTO Y PRODUCTOS REVESTIDOS

Los revestimientos 1-5 que se presentan en la Tabla 5 se prepararon mediante dispersión de alcohol polivinílico CELVOL® 325 en agua fría con agitación suave en un vaso de precipitados de 600 ml. La agitación suave se proporcionaba con un agitador de palas de 1" (2,54 cm) accionado con un motor de agitación eléctrico. La mezcla se calentó a 190 °F (87,8 °C) y se agitó durante 20 - 30 minutos. La solución resultante se dejó enfriar a temperatura ambiente a la vez que se agitaba. Las cantidades de mezcla específicas y los sólidos medidos resultantes se resumen en la Tabla 5.

Tabla 5. Formulaciones de Revestimiento

Revestimiento N.º	CELVOL® 325, (gramos)	Agua desionizada, (gramos)	Sólidos Medidos, % en peso
1	7,5	292,5	2,5 ± 0,3
2	11.3	288.7	3.8 ± 0.3
3	13.5	286.5	4.5 ± 0.3
4	18.0	282.0	6.0 ± 0.3
5	15.0	285.0	5.0 ± 0.3

Los revestimientos, confirmado que estaban libres de partículas sin disolver visibles, se aplicaron al sustrato micro poroso TESLIN® HD comercializado por PPG Industries, Pittsburgh, Pa. Los revestimientos se aplicaron a láminas de 8,5" x 11", (21,59 cm x 27,94 cm) sustrato con un grosor de 11 mils cada una de las cuales se habían tarado sobre una balanza antes de colocar la lámina sobre una superficie de vidrio limpia y usando cinta adhesiva para adherir las esquinas de la parte superior de la lámina al vidrio. Una pieza de poliéster transparente de con un grosor de 10 mil de 11" x 3" (27,94 cm x 7,62 cm) se colocó a través del borde de la parte superior de la lámina, cubriendo ½" (1,27 cm) hacia abajo desde el borde superior de la lámina. El poliéster se fijó a la superficie del vidrio con cinta adhesiva. Una varilla medidora enrollada envuelta con alambre de Diversified Enterprises de 1-2 pulgadas (2,54-5,08 cm) se puso por encima de la lámina, paralela al borde de la parte superior, cerca del borde superior del poliéster. Una cantidad de revestimiento de 10 - 20 ml se depositó como una tira de perlas (aproximadamente ¼" pulgadas (0,64 cm) de ancho) directamente en proximidad y en contacto con la varilla medidora usando una pipeta desechable. La barra se extrajo completamente a través de la lámina, intentando una tasa continua/constante. La lámina unida resultante se retiró de la superficie de vidrio, se colocó inmediatamente sobre la balanza de tara mencionada anteriormente, se pesó, el peso del revestimiento húmedo se registró y a continuación la lámina revestida se puso en un horno de aire forzado y se secó a 95 °C durante 2 minutos. La lámina seca se retiró del horno y el mismo procedimiento de revestimiento se repitió para la misma superficie de la lámina revestida. Los dos pesos del revestimiento húmedo se usaron para calcular el peso del revestimiento seco final en gramos por metro cuadrado. Las láminas revestidas de los Ejemplos 19-23 se describen en la Tabla 6.

Tabla 6. Láminas Revestidas Finales

Ejemplo N.º	Sólidos Revestimiento, %	N.º de Varilla Envuelta con Alambre	Peso del 1 <sup>er</sup> Revestimiento Húmedo, gramos	Peso del 2 <sup>o</sup> Revestimiento Húmedo, gramos	Peso del revestimiento húmedo total, gramos	Peso del Revestimiento Final Calculado, g
19	2,5	3	0,6	0,65	1,25	0,5 ± 0,1
20	3.8	3	0.61	0.59	1.20	0.75 ± 0.1
21	4.5	3	0.70	0.64	1.34	1.0 ± 0.2
22	6	3	0.76	0.64	1.40	1.5 ± 0.1
23	5	10	1.18	1.20	2.38	2.1 ± 0.2

La siguiente fórmula se usó para calcular el peso del revestimiento seco final.

$$\text{Peso del Revestimiento Seco Final Calculado en gramos por metro cuadrado} = ((\text{revestimientos sólidos} \times 0,01) \times (\text{1}^{\text{er}} \text{ peso del revestimiento húmedo} + \text{2}^{\text{o}} \text{ peso del revestimiento húmedo})) / (8,5 \times 10,5) \times 1550$$

PARTE 4B - FORMULACIONES DE REVESTIMIENTO Y PRODUCTOS REVESTIDOS

Para la preparación de las formulaciones de los Revestimientos 6 - 12 se siguió el procedimiento de la Parte 4A, excepto porque el Revestimiento 7 se mezcló durante 2 días antes de su uso. Las formulaciones de revestimiento se presentan en la Tabla 7.

El sustrato usado en esta Parte 4B era el sustrato microporoso TESLIN® SP1000 comercializado por PPG

Industries, Pittsburgh, Pa. Se siguió el mismo procedimiento usado en la Parte 4A excepto porque algunas láminas se revistieron por ambos lados, secando el primer lado revestido antes de la aplicación del segundo sobre el lado opuesto y para todos los revestimientos se usó una varilla medidora con el número 9. La información sobre las láminas revestidas finales se incluye en la Tabla 8.

5

Tabla 7. Formulaciones de revestimiento con cantidades indicadas en gramos

Inredientes	6	7	8	9	10	11	12
Witcobond W240 <sub>(n)</sub>	8	8	8	8	16	0	0
Aerosil® 200 <sub>(o)</sub>	2.5	0	0	0	0	0	0
CaCO <sub>3(c)</sub>	0	2,5	0	0	0	0	0
HiSil® T 700 <sub>(p)</sub>	0	0	2,5	0	0	0	0
Lo-Vel® 6200 <sub>(q)</sub>	0	0	0	2,5	0	0	0
MOMENTIVE LE-410 <sub>(r)</sub>	0	0	0	0	0	0,54	0
HYCAR 26138 <sub>(s)</sub>	0	0	0	0	0	0	10
Agua Desionizada	39,5	39,5	39,5	39,5	34,0	49,5	40
Total, gramos	50	50	50	50	50	50	50
Sólidos, %	10	10	10	10	10	0,4	10

(n) WITCOBOND W-240, una dispersión acuosa de poliuretano de Chemtura Corporation.  
(o) Sílice ahumada Aerosil® 200 de Degussa.  
(p) Sílice precipitada HiSil ®T700 de PPG Industries, Inc.  
(q) Sílice precipitada Lo-Vel ®6200 de PPG Industries, Inc.  
(r) MOMENTIVE LE-410 una dispersión acuosa de silicio de Momentive Performance Materials.  
(s) HYCAR 26138, una dispersión acuosa de poli(met)acrilato de Lubrizol Advanced Materials, Inc.

Tabla 8 Láminas Revestidas Finales

Ejemplo N.º	Revestimiento N.º	Tipo de Revestimiento	Peso del Revestimiento Húmedo (gramos)	Peso del Revestimiento Final (gramos)
24	10	Individual	0,95	1,7
25	10	Ambos Lados	2,0	3,5
26	11	Ambos Lados	2,0	0,14
27	12	Ambos Lados	2,1	3,9
CE 11	11	Individual	0,9	0,07
CE 12	12	Individual	1,1	1,9
CE 13	6	Ambos Lados	2,2	3,8
CE 14	7	Ambos Lados	2,5	4,4
CE 15	8	Ambos Lados	2,3	3,9
CE 16	9	Ambos Lados	2,3	4,0

El conjunto de soporte usado para tasa de evaporación y ensayo de rendimiento de una membrana consistía en una abrazadera central con una junta de anillo, una abrazadera posterior, copa de depósito de ensayo y cuatro tornillos. La copa de depósito de ensayo se fabricó a partir de un polímero termoplástico transparente, con dimensiones interiores definidas por un diámetro circular en el borde de la cara abierta de aproximadamente 4 centímetros y una profundidad no superior a 1 centímetro. La cara abierta se usó para determinar la tasa de transferencia de material volátil.

Cada abrazadera del conjunto de soporte tenía una abertura circular con un diámetro de 1,5" (3,8 cm) para adaptar la copa de depósito de ensayo y proporcionar una abertura para exponer la membrana en ensayo. Cuando se coloca una membrana en ensayo, es decir, una lámina de material microporoso con un grosor de 52,4  $\mu\text{m}$  a 457,2  $\mu\text{m}$  (de 6 a 18 mils), la abrazadera posterior del conjunto de soporte se puso sobre un anillo de corcho. La copa de depósito de ensayo se puso en la abrazadera posterior Chicago con aproximadamente 2 ml de acetato de bencilo. Un disco de aproximadamente 2" (5,1 cm) se recortó de la lámina de membrana y se colocó directamente sobre bien contacto con el borde de la copa de depósito de modo que 12,5  $\text{cm}^2$  de la superficie de contacto de material volátil de la lámina microporosa estaba expuesto al interior del depósito.

La abrazadera frontal del soporte se colocó con cuidado sobre todo el conjunto, con los agujeros del tornillo alineados y con el fin de no alterar el disco de la membrana. Cuando se usó una lámina microporosa revestida, la superficie revestida se puso hacia el depósito o hacia la atmósfera como se indican en la Tabla que sigue a continuación. Los tornillos se unieron y se ajustaron lo suficiente como para prevenir las fugas. La junta del anillo creó un sello. El soporte se etiquetó para identificar la muestra de membrana en ensayo. Para cada ensayo se prepararon de 5 a 10 replicados. Para los Ejemplos revestidos se incluyeron cinco replicados de un Control (muestra sin revestir). Para los Ejemplos en la Tabla 11, había 5 Controles para cada Ejemplo y la tasa de evaporación promedio se informó con el correspondiente Ejemplo así como el porcentaje de reducción en la tasa de evaporación del ejemplo en comparación con el Control correspondiente. La superficie revestida del Ejemplo 19-23 en la Tabla 11 estaba hacia la atmósfera.

Cada conjunto de soporte se pesó para obtener un peso inicial de todo el conjunto cargado. El conjunto se colocó a continuación, se mantuvo vertical, en una campana extractora química de laboratorio con unas dimensiones aproximadas de 152,4 cm (5 pies) (altura) x 152,4 cm (5 pies) (ancho) x 60,96 cm (2 pies) (profundidad). Con el depósito de ensayo permaneciendo vertical, el acetato de bencilo estaba en contacto directo con al menos una parte de la superficie de contacto de material volátil de la lámina microporosa. Las puertas de vidrio de la campana extractora se bajaron, y el flujo de aire a través de la campana se ajustó con el fin de tener ocho (8) modificaciones (o renovaciones) de volumen de campana por hora. A menos que se indique de otro modo, la temperatura en la campana se mantuvo a 25  $^{\circ}\text{C} \pm 5$   $^{\circ}\text{C}$ . La humedad dentro de la campana extractora era ambiental. Los depósitos de ensayo se pesaron regularmente en la campana. La pérdida de peso de acetato de bencilo calculada, en combinación con el tiempo transcurrido y el área superficial de la lámina microporosa expuesta al interior del depósito de ensayo, se usaron para determinar la tasa de transferencia volátil de la lámina microporosa, en unidades de  $\text{mg} / (\text{hora} * \text{cm}^2)$ . La tasa de evaporación promedio ( $\text{mg}/\text{h}$ ) de los replicados se informó para todo el conjunto en las Tablas que siguen a continuación. Estos dos valores se relacionan mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Tasa de evaporación promedio (mg/h)/12,5 cm}^2 = \text{Tasa de Transferencia de Material volátil (mg/hora* cm}^2)$$

Marginal (Marg.) indica que eran replicados tanto que pasan como que fallan o que el ensayo no tenía fallos como se describe mediante la "combinación" y "goteo" del acetato de bencilo hacia debajo de la superficie de la membrana pero que tenía algunas gotas de acetato de bencilo formando perlas en la superficie de la membrana, que también era inaceptable.

Tabla 9

Muestras	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8	Ej. 9	CE 1	CE 2	CE 3	CE 4	CE 5
Resultados de 5 Días	Pasa 2,8	Pasa 2,8	Pasa 2,6	Pasa 2,8	Pasa 2,7	Pasa 4,3	Pasa 3,2	Pasa 3,3	Pasa 3,2	Falla 3,0	Falla 3,1	Falla 2,9	Falla 2,6	Falla 2,8
Tasa de evaporación														

TABLA 10

Muestras	Ej. 10	Ej. 11	Ej. 12	Ex 13	Ej. 14	Ej. 15	Ej. 16	Ej. 17	Ej. 18	CE 6	CE 7	CE 8	CE 9	CE 10
Resultados de 5 Días	Marg.	Marg.	Marg.	Marg.	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
Tasa de evaporación	3,4	3,3	3,2	3,2	3,7	3,9	3,7	3,8	3,7	2,9	3,0	3,0	3,3	3,1

TABLA 11

Muestras	Ej. 19	Control	Ej. 20	Control	Ej. 21	Control	Ej. 22	Control	Ej. 23	Control
Resultados de 5 Días	Pasa	Falla								
Tasa de evaporación	4,09	4,65	3,61	4,69	2,05	4,10	2,68	4,69	1,25	4,03
Porcentaje de Reducción en Tasa de evaporación	12		23		50		46		69	

TABLA 12

Muestras	Control <sup>(1)</sup>	Ej. 24 Ctr <sup>(2)</sup>	Ej. 24 Cta <sup>(3)</sup>	Ej. 25	Control <sup>(4)</sup>	Ej. 26	Ej. 27	CE 11 Cta <sup>(3)</sup>	CE 12 Cta <sup>(3)</sup>	CE 13	CE 14	CE 15	CE 16
Resultados de 5 Días	Falla	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
Tasa de evaporación	2,64	2,64	2,61	2,83	3,4	3,3	3,4	3,3	3,2	2,64	2,63	2,56	2,65

(1) Control de material microporoso TESLIN® HD sin revestir pero que se incluyó con los Ejemplos 24, 25, CE 13-16.  
 (2) La superficie revestida se dirigió hacia depósito de material volátil.  
 (3) La superficie revestida se dirigió hacia la atmósfera.  
 (4) Control de material microporoso TESLIN® HD sin revestir que se incluyó con los Ejemplos 26, 27, CE 11-12.

Aunque las realizaciones particulares de la presente invención se han descrito anteriormente para fines de ilustración, para las personas con experiencia en la materia será evidente que se podrán realizar numerosas variaciones de los detalles de la presente invención sin apartarse de la invención cómo se define en las reivindicaciones adjuntas.

5

## REIVINDICACIONES

1. Un material microporoso que comprende:

- 5 (a) una matriz de polímero orgánico termoplástico insoluble en agua que comprende poliolefina;  
 (b) carga formada por partículas insolubles en agua, finamente divididas, estando dicha carga formada por partículas distribuida a través de dicha matriz y constituyendo de un 20 a un 90 por ciento en peso, basado en el peso total de dicho material microporoso; y  
 (c) una red de poros interconectados que se comunican a través de dicho material microporoso;

10

en donde dicho material microporoso tiene,

- una superficie de contacto de material volátil,  
 - una superficie de liberación de vapor, en donde dicha superficie de contacto de material volátil y dicha superficie de liberación de vapor están opuestas entre sí, y en donde (i) al menos una parte de dicha superficie de contacto de material volátil tiene un primer revestimiento sobre la misma, y/o (ii) al menos una parte de dicha superficie de liberación de vapor tiene un segundo revestimiento sobre la misma, y el primer y el segundo revestimientos cada uno se puede formar independientemente a partir de una composición de revestimiento acuosa que incluye material polimérico orgánico dispersado.

20

2. Un material microporoso que comprende:

- (a) una matriz de polímero orgánico termoplástico insoluble en agua que comprende poliolefina;  
 (b) una carga formada por partículas insolubles en agua, finamente divididas, estando dicha carga formada por partículas distribuida a través de dicha matriz y constituyendo de un 20 a un 90 por ciento en peso, basado en el peso total de dicho material microporoso; y  
 (c) una red de poros interconectados que se comunican a través de dicho material microporoso;

25

en donde dicho material microporoso tiene,

- una superficie de contacto de material volátil,  
 - una superficie de liberación de vapor, en donde dicha superficie de contacto de material volátil y dicha superficie de liberación de vapor están opuestas entre sí, en donde (i) al menos una parte de dicha superficie de contacto de material volátil tiene un primer revestimiento sobre la misma, y/o (ii) al menos una parte de dicha superficie de liberación de vapor tiene un segundo revestimiento sobre la misma, en donde dicho primer revestimiento y dicho segundo revestimiento cada uno se selecciona independientemente entre una composición de revestimiento que comprende poli(alcohol vinílico).

30

3. El material microporoso de la reivindicación 2 en donde dicho material microporoso:

40

- tiene una densidad inferior a  $0,8 \text{ g/cm}^3$ , preferentemente de  $0,6 \text{ g/cm}^3$  a menos de  $0,8 \text{ g/cm}^3$ , más preferentemente de  $0,6 \text{ g/cm}^3$  a  $0,7 \text{ g/cm}^3$ .

4. El material microporoso de las reivindicaciones 1 o 2 en el que dicha tasa de transferencia de material volátil es de  $0,1$  a  $0,6 \text{ mg / (hora}^* \text{ cm}^2)$ , si la reivindicación 4 depende de la reivindicación 2 o de  $0,30$  a  $0,55 \text{ mg / (hora}^* \text{ cm}^2)$  si la reivindicación 4 depende de las reivindicaciones 1 o 2, preferentemente de  $0,35$  a  $0,50 \text{ mg / (hora}^* \text{ cm}^2)$ .

45

5. El material microporoso de la reivindicación 1 en el que dicho primer revestimiento y dicho segundo revestimiento cada uno se forma independientemente a partir de una composición de revestimiento acuosa seleccionada entre el grupo que consiste en dispersiones acuosas de poli(met)acrilato, dispersiones acuosas de poliuretano, dispersiones acuosas de aceite de silicio y combinaciones de las mismas.

50

6. El material microporoso de la reivindicación 5 en el que cada composición de revestimiento acuosa tiene un tamaño de partícula de  $200$  a  $400 \text{ nm}$ .

55

7. El material microporoso de las reivindicaciones 1 o 2 en el que

(a) dicha poliolefina comprende polietileno de peso molecular ultraelevado que tiene una viscosidad intrínseca de al menos  $10$  decilitros/gramo, preferentemente de al menos  $18$  decilitros/gramo, más preferentemente en el intervalo de  $18$  a  $39$  decilitros/gramo; o

60

(b) dicha poliolefina comprende una mezcla de polietileno de peso molecular ultraelevado lineal que tiene una viscosidad intrínseca de al menos  $10$  decilitros/gramo y polietileno de peso molecular menor que tiene un índice de fusión que sigue la Condición E de acuerdo con la norma ASTM D 1238-86 inferior a  $50$  gramos/10 minutos y un índice de fusión que sigue la Condición F de acuerdo con la norma ASTM D 1238-86 de al menos  $0,1$  gramos/10 minutos, en el que preferentemente dicho polietileno de peso molecular ultraelevado lineal constituye al menos un uno por ciento en

65

peso de dicha matriz y dicho polietileno de peso molecular ultraelevado lineal y dicho polietileno de peso molecular menor en conjunto constituyen un 100 por ciento en peso del polímero de la matriz y preferentemente dicho polietileno de peso molecular menor comprende polietileno de alta densidad.

- 5 8. El material microporoso de las reivindicaciones 1 o 2 en el que dicha carga formada por partículas constituye de un 20 a un 90 por ciento en peso de dicho material microporoso, basado en el peso total de dicho material microporoso, en donde dicha carga formada por partículas comprende partículas silíceas que comprenden partículas de sílice, en donde preferentemente dicha partícula de sílice comprende partículas de sílice precipitada.
- 10 9. El material microporoso de las reivindicaciones 1 o 2 en el que dichos poros constituyen de un 35 a un 95 por ciento en volumen de dicho material microporoso, basado en el volumen total de dicho material microporoso.
10. El material microporoso de la reivindicación 2 en donde dicho material microporoso está expuesto a un aumento de temperatura de 25 °C a 60 °C, dicha tasa de transferencia de material volátil aumenta en una cantidad inferior o igual a un 125 por ciento, preferentemente en una cantidad inferior o igual a un 100 por ciento.
- 15 11. El material microporoso de la reivindicación 2 en el que dicho poli(alcohol vinílico) es un homopolímero.