



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 693 673

51 Int. Cl.:

D01F 8/04 (2006.01) **D04H 1/541** (2012.01) **E04B 1/76** (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: 05.07.2012 PCT/US2012/045491

(87) Fecha y número de publicación internacional: 10.01.2013 WO13006666

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 05.07.2012 E 12807874 (8)

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 22.08.2018 EP 2729634

(54) Título: Artículo que incluye fibras multicomponente y microesferas cerámicas huecas y métodos de fabricación y uso del mismo

(30) Prioridad:

07.07.2011 US 201161505142 P

Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 13.12.2018

(73) Titular/es:

3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY (100.0%)
3M Center, P.O.Box 33427
St. Paul, MN 55133-3427, US

(72) Inventor/es:

CRANDALL, MICHAEL D.; KADOMA, IGNATIUS A.; PETERSON, ANDREW J. y WU, YONG K.

(74) Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

DESCRIPCIÓN

Artículo que incluye fibras multicomponente y microesferas cerámicas huecas y métodos de fabricación y uso del mismo

5 Referencia cruzada a solicitud relacionada

La presente solicitud reivindica la prioridad de la solicitud de patente provisional US-61/505.142, presentada el 7 de julio de 2011.

10 Antecedentes

15

20

35

40

45

50

55

60

Se conocen varias fibras multicomponente. Los ejemplos incluyen fibras que tienen una temperatura de fusión baja o una envoltura reblandecible que cubre un núcleo de fusión superior. Las estructuras multicomponente pueden ser útiles, por ejemplo, para ligar fibras, en donde la envoltura, por ejemplo, cuando se funde o reblandece, sirve como agente ligante para el núcleo.

Se conocen algunos artículos que incluyen fibras y partículas. En algunos casos, estos artículos se fabrican a partir de fibras multicomponente donde un componente se funde y se fusiona. En estos casos, las partículas se encuentran en los puntos de unión donde las fibras están en contacto entre sí. Véase, por ejemplo, la publicación de solicitud de patente internacional núm. WO 2010/045053 (Coant y col.). Se han descrito algunos artículos abrasivos que incluyen fibras multicomponente y partículas abrasivas. Véanse, por ejemplo, las patentes US-5.082.720 (Hayes); US-5.972.463 (Martin y col.); y US-6.017.831 (Beardsley y col.).

En otras tecnologías, las microesferas cerámicas huecas son muy utilizadas en la industria, por ejemplo, como aditivos para compuestos poliméricos. Las microesferas cerámicas huecas comunes incluyen burbujas de vidrio que tienen un diámetro medio inferior a aproximadamente 500 micrómetros, también conocidas como "microburbujas de vidrio", "microesferas de vidrio huecas" o "bolas de vidrio huecas". En muchas industrias, las microesferas cerámicas huecas sirven, por ejemplo, para reducir el peso y mejorar el procesamiento, la estabilidad dimensional y las propiedades de flujo de un compuesto polimérico. Las espumas sintácticas que contienen microesferas cerámicas huecas dispersadas en una matriz continua de resina polimérica sirven, por ejemplo, como aislante en diversas aplicaciones debido en parte a su baja conductividad térmica.

En JP-2001240809 y EP-656 465 A2 se describen artículos que comprenden fibras multicomponente y partículas huecas, donde las fibras multicomponente se funden para su consolidación.

Sumario

La presente descripción proporciona artículos que incluyen fibras multicomponente y microesferas cerámicas huecas. Las fibras multicomponente se adhieren entre sí y las microesferas cerámicas huecas se adhieren a las superficies exteriores de al menos algunas de las fibras multicomponente. Los artículos sirven, por ejemplo, como aislante de diversos tipos. En el método de fabricación de los artículos descritos en la presente memoria, se calienta una mezcla de fibras y microesferas cerámicas huecas a una temperatura en la que la primera composición polimérica tiene un módulo elástico inferior a 3 x 10⁵ Pa (inferior a 3 x 10⁵ N/m²) medido a un hercio. A esta temperatura, la primera composición polimérica se hace pegajosa y adhiere las fibras multicomponente juntas y adhiere las microesferas cerámicas huecas a las superficies exteriores de las fibras multicomponente.

En un aspecto, la presente descripción proporciona un artículo que incluye microesferas cerámicas huecas y fibras multicomponente. Las fibras multicomponente tienen superficies exteriores e incluyen, al menos, una primera composición polimérica y una segunda composición polimérica, en donde al menos una parte de las superficies exteriores de las fibras multicomponente comprende la primera composición polimérica. Las fibras multicomponente se adhieren entre sí pero no se funden, y las microesferas cerámicas huecas se adhieren, al menos, a la primera composición polimérica en las superficies exteriores de al menos algunas de las fibras multicomponente.

En otro aspecto, la presente descripción proporciona el uso del artículo descrito para el aislamiento (p. ej., al menos uno de aislamiento térmico, aislamiento acústico o aislamiento eléctrico).

En otro aspecto, la presente descripción proporciona un método para fabricar un artículo, por ejemplo, para el aislamiento, comprendiendo el método:

proporcionar una mezcla de microesferas cerámicas huecas y fibras multicomponente, comprendiendo las fibras multicomponente al menos una primera composición polimérica y una segunda composición polimérica; y calentar la mezcla hasta una temperatura en la que las fibras multicomponente no se funden y en la que la primera composición polimérica tiene un módulo elástico inferior a 3 x 10⁵ Pa (inferior a 3 x 10⁵ N/m²) a una temperatura de al menos 80 °C medido a una frecuencia de un hercio.

Las realizaciones ilustrativas de fibras descritas en la presente memoria incluyen aquellas que tienen un núcleo y una superficie exterior, comprendiendo el núcleo la segunda composición termoplástica. En algunas

realizaciones, por ejemplo, la fibra incluye un núcleo que comprende la segunda composición termoplástica y una envoltura que comprende la primera composición termoplástica alrededor del núcleo.

La consolidación de las microesferas cerámicas huecas por las fibras multicomponente adhesivas, como se describe en la presente memoria, puede formar artículos conformados con una carga muy alta de microesferas huecas, que sirven para una variedad de aplicaciones. Por ejemplo, los artículos descritos en la presente memoria sirven como materiales de aislamiento térmico muy ligeros y materiales de amortiguación acústica, que son de forma típica muy ignífugos. Debido a la combinación de las propiedades ventajosas asociadas, de forma típica, a ellos, los artículos descritos en la presente memoria pueden servir, por ejemplo, en la industria del transporte, tal como en la industria aeroespacial y automovilística.

En esta solicitud, los términos como "un(os)", "el" y "los" no hacen únicamente referencia a una entidad individual, sino que también incluyen la clase general de la que se puede utilizar un ejemplo específico con fines ilustrativos. Los términos "un(os)", "el" y "los" se utilizan indistintamente con el término "al menos uno". Las frases "al menos uno de" y "comprende al menos uno de" seguida de una lista hace referencia a cualquiera de los elementos de la lista y a cualquier combinación de dos o más elementos de la lista. Todos los intervalos numéricos incluyen sus extremos y valores no integrales entre los extremos salvo que se indique lo contrario.

El resumen anterior de la presente descripción no está previsto que describa cada realización descrita o cada implementación de la presente descripción. La descripción que se ofrece a continuación muestra de un modo más concreto las realizaciones ilustrativas. Por lo tanto, se entiende que los dibujos y la descripción siguiente solo se utilizan con fines ilustrativos y no deben leerse de un modo que limitaría indebidamente el alcance de esta descripción.

Breve descripción de los dibujos

Para una comprensión más completa de las características y ventajas de la presente descripción, se hace referencia a continuación a la descripción detallada junto con las figuras que se acompañan y en las que:

la Fig. 1 es una vista esquemática parcial de un artículo ilustrativo según la presente descripción;

30 las Figs. 2A-2D son secciones transversales esquemáticas de cuatro fibras ilustrativas descritas en la presente memoria; y

las Figs. 3A-3E son vistas en perspectiva esquemáticas de varias fibras descritas en la presente memoria.

Descripción detallada

5

10

15

20

35

40

45

50

55

60

65

La Fig. 1 ilustra una parte de un artículo ilustrativo según y/o fabricado según la presente descripción. El artículo incluye fibras multicomponente 4 y microesferas 2 cerámicas huecas. Las fibras multicomponente se adhieren entre sí (p. ej., se ligan autógenamente) en los puntos 6 de unión y las microesferas 2 cerámicas huecas se adhieren a las superficies exteriores de, al menos, algunas de las fibras multicomponente 4.

En algunas realizaciones, incluidas las realizaciones ilustradas en la Fig. 1, las microesferas 2 cerámicas huecas se sitúan a lo largo de las longitudes de las fibras multicomponente 4, lo que significa que las microesferas cerámicas huecas no se sitúan solo en los puntos 6 de unión de las fibras. En algunas realizaciones, las microesferas cerámicas huecas se sitúan prácticamente a lo largo de toda la longitud de las fibras multicomponente. Las microesferas cerámicas huecas pueden estar distribuidas aleatoriamente a lo largo de toda la longitud de las fibras multicomponente. En estas realizaciones no es necesario que las microesferas cerámicas huecas cubran toda la superficie exterior de las fibras multicomponente. Las microesferas cerámicas huecas se pueden distribuir uniformemente o no, dependiendo, por ejemplo, del nivel de mezclado de las fibras multicomponente y las microesferas cerámicas huecas, como se describe abajo, y la distribución de los tamaños de las microesferas cerámicas huecas.

En algunas realizaciones, incluidas las realizaciones ilustradas en la Fig. 1, las microesferas 2 cerámicas huecas se unen directamente a las superficies exteriores de al menos algunas de las fibras multicomponente 4. "Se unen directamente" significa que no hay ningún adhesivo ni otro aglutinante entre las microesferas cerámicas huecas y la superficie exterior de las fibras. La primera composición polimérica en las fibras multicomponente funciona, de forma típica, como un adhesivo que mantiene las fibras juntas y adhiere las microesferas cerámicas huecas a las fibras.

Las fibras útiles para el artículo descrito en la presente memoria y en las mezclas en el método de fabricación de un artículo descrito en la presente memoria incluyen una variedad de formas de sección transversal. Las fibras útiles incluyen aquellas que tienen, al menos, una forma de sección transversal seleccionada del grupo que consiste en circular, prismática, cilíndrica, lobulada, rectangular, poligonal o de hueso de perro. Las fibras pueden ser huecas o no ser huecas, y pueden ser rectas o tener una forma ondulada. Las diferencias en la forma de sección transversal permiten el control de la superficie activa, las propiedades mecánicas y la interacción con las microesferas cerámicas huecas u otros componentes. En algunas realizaciones, las fibras útiles para la puesta en práctica de la presente descripción tienen una sección transversal circular o una sección transversal rectangular. Las fibras que tienen una sección transversal con forma generalmente rectangular también se conocen, de forma típica, como cintas. Las fibras son útiles, por ejemplo, porque proporcionan grandes superficies con respecto al volumen que desplazan.

Las realizaciones ilustrativas de fibras multicomponente útiles para la puesta en práctica de la presente descripción incluyen aquellas con las secciones transversales ilustradas en las Figs. 2A-2D. Una configuración de núcleo y envoltura, como se muestra en las Figs. 2B o 2C, puede ser útil, por ejemplo, debido a la gran superficie de la envoltura. En estas configuraciones, la superficie exterior de la fibra se hace, de forma típica, de una sola composición. Las configuraciones de núcleo y envoltura que tienen varias envolturas se incluyen en el ámbito de la presente descripción. Otras configuraciones, por ejemplo, como las que se muestran en las Figs. 2A y 2D proporcionan opciones que se pueden seleccionar dependiendo de la aplicación prevista. En las configuraciones de sección de círculo segmentado (véase, p. ej., la Fig. 2A) y por capas (véase, p. ej., la Fig. 2D), la superficie exterior se hace, de forma típica, de más de una composición.

10

5

Haciendo referencia a la Fig. 2A, una fibra 10 en sección de círculo, tiene una sección 12 transversal circular, una primera composición polimérica situada en las regiones 16a y 16b y una segunda composición polimérica situada en las regiones 14a y 14b. Otras regiones (18a y 18b) en la fibra pueden incluir un tercer componente (p. ej., una tercera composición polimérica diferente) o pueden incluir, independientemente, la primera composición polimérica o la segunda composición polimérica.

15

En la Fig. 2B, la fibra 20 tiene una sección 22 transversal circular, una envoltura 24 de una primera composición polimérica y un núcleo 26 de una segunda composición polimérica. La Fig. 2C muestra una fibra 30 que tiene una sección 32 transversal circular y una estructura de núcleo y envoltura con una envoltura 34 de una primera composición polimérica y una pluralidad de núcleos 36 de una segunda composición polimérica.

20

La Fig. 2D muestra una fibra 40 que tiene una sección 42 transversal circular, con cinco regiones 44a, 44b, 44c, 44d, 44e en capas que comprenden, de forma alternativa, al menos la primera composición polimérica y la segunda composición polimérica. De forma opcional, se puede incluir una tercera composición polimérica diferente en al menos una de las capas.

25

Las Figs. 3A-3E ilustran vistas en perspectiva de varias realizaciones de fibras multicomponente útiles para poner en práctica la presente descripción. La Fig. 3A ilustra una fibra 50 que tiene una sección 52 transversal triangular. En la realización ilustrada, la primera composición polimérica 54 se encuentra en una región y la segunda composición polimérica 56 se coloca adyacente a la primera composición polimérica 54.

30

La Fig. 3B ilustra una realización 70 en forma de cinta que tiene una sección transversal generalmente rectangular y una forma ondulada 72. En la realización ilustrada, una primera capa 74 comprende la primera composición polimérica, mientras que una segunda capa 76 comprende la segunda composición polimérica.

35

La Fig. 3C ilustra una fibra 80 multicomponente rizada o en espiral útil para los artículos según la presente descripción. La distancia entre las espirales, 86, puede ajustarse según las propiedades deseadas.

La Fig. 3D ilustra una fibra 100 que tiene una forma cilíndrica y que tiene un primer componente anular 102, un segundo componente anular 104, definiendo este último componente un núcleo hueco 106. El primer y el segundo componente anular comprenden, de forma típica, la primera composición polimérica y la segunda composición polimérica, respectivamente. El núcleo hueco 106 puede llenarse, de forma opcional, total o parcialmente con un aditivo (p. ej., un agente de curado o adherente) para uno de los componentes anulares 102, 104.

45

40

La Fig. 3E ilustra una fibra con una estructura lobulada 110, teniendo el ejemplo mostrado cinco lóbulos 112 con partes exteriores 114 y una parte interior 116. Las partes exteriores 114 y la parte interior 116 comprenden, de forma típica, la primera composición polimérica y la segunda composición polimérica, respectivamente.

50

La relación dimensional de las fibras multicomponente descritas en la presente memoria puede ser, por ejemplo, de al menos 3:1, 4:1, 5:1, 10:1, 25:1, 50:1, 75:1, 100:1, 150:1, 200:1, 250:1, 500:1, 1000:1 o más; o en un intervalo de 2:1 a 1000:1. Unas relaciones dimensionales mayores (p. ej., con relaciones dimensionales de 10:1 o más) pueden permitir con mayor facilidad la formación de una red de fibras multicomponente y pueden permitir que se adhieran más microesferas cerámicas huecas a las superficies exteriores de las fibras.

Las fibras multicomponente útiles para los artículos y métodos según la presente descripción incluyen aquellas que

60

55

tienen una longitud de hasta 60 mm, en algunas realizaciones, en un intervalo de 2 mm a 60 mm, 3 mm a 40 mm, 2 mm a 30 mm, o 3 mm a 20 mm. De forma típica, las fibras multicomponente descritas en la presente memoria tienen una sección transversal con una dimensión máxima de hasta 100 (en algunas realizaciones de hasta 90, 80, 70, 60, 50, 40 o 30) micrómetros. Por ejemplo, la fibra puede tener una sección transversal circular con un diámetro medio en un intervalo de 1 micrómetro a 100 micrómetros, 1 micrómetro a 60 micrómetros, 10 micrómetros a 30 micrómetros o 17 micrómetros a 23 micrómetros. En otro ejemplo, la fibra puede tener una sección transversal rectangular con una longitud media (es decir, la dimensión de la sección transversal más larga) en un intervalo de 1 micrómetro a 100 micrómetros, 1 micrómetros a 60 micrómetros, 10 micrómetros, 10 micrómetros a 30 micrómetros o 17 micrómetros a 23 micrómetros.

En algunas realizaciones, las fibras multicomponente útiles para los artículos y métodos según la presente descripción son no fusibles a una temperatura de al menos 110 °C (en algunas realizaciones, al menos 120 °C, 125 °C, 150 °C, o incluso al menos 160 °C). En algunas realizaciones, las fibras multicomponente útiles para los artículos y métodos según la presente descripción son no fusibles a una temperatura de hasta 200 °C. Las fibras "no fusibles" pueden ligarse autógenamente (es decir, ligarse sin la adición de presión entre las fibras) sin pérdida significativa de arquitectura, por ejemplo, una configuración de núcleo y envoltura. La relación espacial entre la primera composición polimérica, la segunda composición polimérica y, opcionalmente, cualquier otro componente de la fibra, se conserva en general en las fibras no fusibles. De forma típica, las fibras multicomponente (p. ej., las fibras con una configuración de núcleo y envoltura) experimentan tanto flujo de la composición de la envoltura durante el ligado autógeno que la estructura de núcleo y envoltura se pierde cuando la composición de la envoltura se concentra en las uniones de las fibras y la composición del núcleo queda expuesta en cualquier otro sitio. Es decir, de forma típica, las fibras multicomponente son fibras fusibles. De forma típica, esta pérdida de estructura da como resultado la pérdida de la funcionalidad de la fibra proporcionada por el componente de la envoltura. En las fibras no fusibles (p. ej., las fibras con núcleo y envoltura) el calor produce poco o ningún flujo de la composición de la envoltura, de tal manera que la funcionalidad de la envoltura se conserva junto con la mayoría de las fibras multicomponente.

10

15

20

25

30

45

50

55

60

65

Para evaluar si las fibras son no fusibles a una temperatura particular, se utiliza el siguiente método de ensayo. Las fibras se cortan a longitudes de 6 mm, se separan y se forman en un mechón plano de fibras entrelazadas. Se mide la dimensión más grande de la sección transversal (p. ej., el diámetro para una sección transversal circular) de veinte de las fibras cortadas y separadas y se registra la mediana. Los mechones de fibras se calientan en un horno de convección ventilado convencional durante 5 minutos a la temperatura de ensayo seleccionada. A continuación se seleccionan veinte fibras separadas individuales, se mide su dimensión más grande en sección transversal (p. ej., diámetro) y se registra la mediana. Las fibras se denominan "no fusibles" si hay un cambio inferior a 20 % en la dimensión medida después del calentamiento.

De forma típica, las dimensiones de las fibras multicomponente usadas juntas en el artículo y/o método según la presente descripción, y los componentes que forman las fibras son, en general, aproximadamente los mismos, aunque el uso de fibras incluso con diferencias significativas en las composiciones y/o dimensiones también puede servir. En algunas aplicaciones, puede ser deseable usar dos o más grupos diferentes de fibras multicomponente (p. ej., al menos un polímero o resina diferente, uno o más polímeros adicionales, diferentes longitudes medias o estructuras distinguibles de otro modo) donde un grupo ofrezca determinada(s) ventaja(s) en un aspecto, y otro grupo determinada(s) ventaja(s) en otro aspecto.

Las fibras descritas en la presente memoria se pueden fabricar, en general, usando procedimientos conocidos en la técnica para fabricar fibras multicomponente (p. ej., bicomponente). Estos procedimientos incluyen el hilado de fibras (véase, p. ej., US- 4.406.850 (Hills), US-5.458.972 (Hagen), US-5.411.693 (Wust), US-5.618.479 (Lijten) y US-5.989.004 (Cook)).

Cada componente de las fibras, incluidos la primera composición polimérica, la segunda composición polimérica y cualquier polímero adicional, se puede seleccionar para proporcionar características de rendimiento deseables.

En algunas realizaciones, la primera composición polimérica en las fibras multicomponente tiene una temperatura de reblandecimiento de al menos 150 °C (en algunas realizaciones de hasta 140 °C, 130 °C, 120 °C, 110 °C, 100 °C, 90 °C, 80 °C, o 70 °C o en un intervalo de 80 °C a 150 °C). La temperatura de reblandecimiento de la primera composición polimérica se determina utilizando un reómetro de esfuerzo controlado (modelo AR2000 fabricado por TA Instruments, New Castle, DE, EE. UU.) según el siguiente procedimiento. Una muestra de la primera composición polimérica se coloca entre dos placas paralelas de 20 mm del reómetro y se presiona hasta una distancia de 2 mm asegurando una cobertura completa de las placas. A continuación se aplica una frecuencia sinusoidal de 1 Hz con 1 % de tensión en un intervalo de temperatura de 80 °C a 200 °C. La fuerza de resistencia de la resina fundida con respecto a la tensión sinusoidal es proporcional a su módulo, que se registra mediante un transductor y se presenta en formato gráfico. Utilizando el software rheometeric, el módulo se divide matemáticamente en dos partes: una parte que está en fase con la tensión aplicada (módulo elástico - comportamiento como un sólido), y otra parte que está fuera de fase con la tensión aplicada (módulo viscoso - comportamiento como un líquido). La temperatura a la que los dos módulos son idénticos (temperatura de entrecruzamiento) es la temperatura de reblandecimiento, ya que representa la temperatura por encima de la cual la resina empieza a comportarse predominantemente como un líquido.

Para cualquiera de las realizaciones de las fibras multicomponente descritas en la presente memoria, la primera composición polimérica puede ser un solo material polimérico, una mezcla de materiales poliméricos o una mezcla de al menos un polímero y, al menos, otro aditivo. La temperatura de reblandecimiento de la primera composición polimérica, de forma ventajosa, puede ser superior a la temperatura de almacenamiento de la fibra multicomponente. La temperatura de reblandecimiento deseada se puede conseguir seleccionando un solo material polimérico adecuado o combinando dos o más de los materiales poliméricos. Por ejemplo, si un material polimérico se reblandece a una temperatura demasiado elevada, esta puede reducirse añadiendo un segundo material polimérico con una temperatura de reblandecimiento más baja. Además, se puede combinar un material polimérico con, por ejemplo, un plastificante para conseguir la temperatura de reblandecimiento deseada.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Los polímeros ilustrativos que tienen o pueden modificarse para tener una temperatura de reblandecimiento de hasta 150 °C (en algunas realizaciones, de hasta 140 °C, 130 °C, 120 °C, 110 °C, 100 °C, 90 °C, 80 °C o 70 °C o en un intervalo de 80 °C a 150 °C) incluyen, al menos, uno de (es decir, incluye uno o más de los siguientes en cualquier combinación) copolímero de etileno y alcohol vinílico (p. ej., con una temperatura de reblandecimiento de 156 a 191 °C, comercializado por EVAL America, Houston, TX, EE. UU., con la denominación comercial "EVAL G176B"), poliuretano termoplástico (p. ej., comercializado por Huntsman, Houston, TX, EE. UU., con la denominación comercial "IROGRAN A80 P4699"), polioximetileno (p. ej., comercializado por Ticona, Florence, KY, EE. UU., con la denominación comercial "CELCON FG40U01"), polipropileno (p. ej., comercializado por Total, París, Francia, con la denominación comercial "5571"), poliolefinas (p. ej., comercializadas por ExxonMobil, Houston, TX, EE. UU. con la denominación comercial "EXACT 8230"), copolímero de etileno y acetato de vinilo (p. ej., comercializado por AT Plastics, Edmonton, Alberta, Canadá), poliéster (p. ej., comercializado por Evonik, Parsippany, NJ, EE. UU., con la denominación comercial "DYNAPOL" o por EMS-Chemie AG, Reichenauerstrasse, Suiza, con la denominación comercial "GRILTEX"), poliamidas (p. ej., comercializadas por Arizona Chemical, Jacksonville, FL, EE. UU., con la denominación comercial "UNIREZ 2662" o por E. I. Du Pont de Nemours, Wilmington, DE, EE. UU., con la denominación comercial "ELVAMIDE 8660"), fenoxi (p. ej., de Inchem, Rock Hill SC, EE. UU.), vinilos (p. ej., cloruro de polivinilo de Omnia Plastica, Arsizio, Italia), o materiales acrílicos (p. ej., de Arkema, París, Francia, con la denominación comercial "LOTADEREX 8900"). En algunas realizaciones, la primera composición polimérica comprende un copolímero de etileno y ácido metacrílico neutralizado parcialmente y comercializado, por ejemplo, por E. I. duPont de Nemours & Company, con las denominaciones comerciales "SURLYN 8660", "SURLYN 1702", "SURLYN 1857" y "SURLYN 9520"). En algunas realizaciones, la primera composición polimérica comprende una mezcla de un poliuretano termoplástico obtenido de Huntsman con la denominación comercial "IROGRAN A80 P4699", un polioximetileno obtenido de Ticona con la denominación comercial "CELCON FG40U01" y una poliolefina obtenida de ExxonMobil Chemical con la denominación comercial "EXACT 8230". En algunas realizaciones, las fibras multicomponente útiles para los artículos según la presente descripción pueden estar comprendidas en un intervalo de 5 a 85 (en algunas realizaciones, 5 a 40, 40 a 70 o 60 a 70) por ciento en peso de la primera composición polimérica.

En algunas realizaciones de los artículos y métodos según la presente descripción, la primera composición polimérica tiene un módulo elástico inferior a 3×10^5 Pa (inferior a 3×10^5 N/m²) a una frecuencia de aproximadamente 1 Hz a una temperatura de al menos $80 \, ^{\circ}$ C. En estas realizaciones, la primera composición polimérica es, de forma típica, pegajosa a la temperatura de $80 \, ^{\circ}$ C y superior. En algunas realizaciones, la primera composición polimérica tiene un módulo elástico inferior a 3×10^5 Pa (inferior a 3×10^5 N/m²) a una frecuencia de aproximadamente 1 Hz a una temperatura de al menos $85 \, ^{\circ}$ C, $90 \, ^{\circ}$ C, $95 \, ^{\circ}$ C o $100 \, ^{\circ}$ C. Para cualquiera de estas realizaciones, el módulo se mide usando el método descrito anteriormente para determinar la temperatura de reblandecimiento con la excepción de que el módulo se determina a la temperatura seleccionada (p. ej., $80 \, ^{\circ}$ C, $90 \, ^{\circ}$ C, $95 \, ^{\circ}$ C o $100 \, ^{\circ}$ C).

En algunas realizaciones de fibras multicomponente útiles para los artículos y métodos descritos en la presente memoria, la segunda composición polimérica tiene un punto de fusión de al menos 130 °C (en algunas realizaciones, al menos 140 °C o 150 °C; en algunas realizaciones, en un intervalo de 130 °C a 220 °C, 150 °C a 220 °C, 160 °C a 220 °C). Las segundas composiciones poliméricas útiles ilustrativas incluyen, al menos, (es decir, incluye uno o más de los siguientes en cualquier combinación) uno de un copolímero de etileno y alcohol vinílico (p. ej., comercializado por EVAL America, con la denominación comercial "EVAL G176B"), poliamida (p. ej., comercializada por E. I. du Pont de Nemours con la denominación comercial "ELVAMIDE" o por BASF North America, Florham Park, NJ, EE. UU., con la designación comercial "ULTRAMID"), polioximetileno (p. ej., comercializado por Ticona con la denominación comercial "CELCON"), polipropileno (p. ej., de Total), poliéster (p. ej., comercializado por Evonik con la denominación comercial "DYNAPOL" o por EMS-Chemie AG con la denominación comercial "GRILTEX"), poliuretano (p. ej., comercializado por Huntsman con la denominación comercial "IROGRAN"), polisulfona, polimida, polieteretercetona o policarbonato. Como se ha descrito anteriormente para las primeras composiciones poliméricas, se pueden usar mezclas de polímeros y/u otros componentes para fabricar la segunda composición polimérica. Por ejemplo, se puede modificar un termoplástico que tenga un punto de fusión inferior a 130 °C añadiendo un polímero termoplástico con una temperatura de fusión superior. En algunas realizaciones, la segunda composición polimérica está presente en un intervalo de 5 a 40 por ciento en peso, basado en el peso total de la fibra multicomponente. La temperatura de fusión se mide mediante calorimetría de barrido diferencial (CBD). En aquellos casos en los que la segunda composición polimérica incluye más de un polímero puede haber dos puntos de fusión. En estos casos, el punto de fusión de al menos 130 °C es el punto de fusión más bajo de la segunda composición polimérica.

De forma opcional, las fibras descritas en la presente memoria además comprenden otros componentes (p. ej., aditivos y/o recubrimientos) para transmitir propiedades deseables tales como manipulación, procesabilidad, estabilidad y dispersabilidad. Los aditivos y materiales de recubrimiento ilustrativos incluyen antioxidantes, colorantes (p. ej., tintes y pigmentos), cargas (p. ej., negro de carbón, arcillas y sílice), y materiales aplicados a la superficie (p. ej., ceras, tensioactivos, agentes dispersantes poliméricos, talcos, erucamida, gomas, y agentes de control del flujo) para mejorar su manipulación.

Los tensioactivos se pueden utilizar para mejorar la dispersabilidad o manipulación de las fibras multicomponente descritas en la presente memoria. Los tensioactivos útiles (también conocidos como emulsionantes) incluyen tensioactivos aniónicos, catiónicos, anfóteros y no iónicos. Los tensioactivos aniónicos útiles incluyen sulfatos y

sulfonatos de alquilariléter, sulfatos y sulfonatos de alquilarilpoliéter (p. ej., sulfatos y sulfonatos de alquilarilpolióxido de etileno), preferiblemente aquellos que tienen hasta aproximadamente 4 unidades repetitivas etilenoxi, incluidos los sulfonatos de alquilarilpoliéter de sodio como los conocidos con la denominación comercial "TRITON X200", comercializado por Rohm and Haas, Philadelphia, PA, EE. UU.) sulfatos y sulfonatos de alquilo (p. ej., laurilsulfato de sodio, laurilsulfato de amonio, laurilsulfato de trietanolamina y hexadecilsulfato de sodio), sulfatos y sulfonatos de alquilarilo (p. ej., sulfato de dodecilbenceno de sodio y sulfonatos de alquileter (p. ej., sulfato de lauriléter de amonio) y sulfato y sulfonatos de alquilpoliéter (p. ej., sulfatos y sulfonatos de alquilpolióxido de etileno), preferiblemente aquellos que tienen hasta aproximadamente 4 unidades etilenoxi). Los tensioactivos no iónicos útiles incluyen alcohol oleoílico etoxilado y octilfeniléter de polioxietileno. Los tensioactivos catiónicos útiles incluyen mezclas de cloruros de alquil-dimetil-bencil-amonio, en donde la cadena alquílica tiene de 10 a 18 átomos de carbono. Los tensioactivos anfóteros también sirven e incluyen sulfobetaínas, ácidos N-alquilaminopropiónicos y N-alquilbetaínas. Se pueden añadir tensioactivos a las fibras descritas en la presente memoria, por ejemplo, en una cantidad suficiente para hacer un recubrimiento monocapa sobre las superfícies de las fibras para inducir humectación espontánea. Las cantidades útiles de tensioactivos pueden encontrarse en un intervalo de, por ejemplo, de 0,05 a 3 por ciento en peso, basado en el peso total de la fibra multicomponente.

También se pueden utilizar agentes dispersantes poliméricos, por ejemplo, para mejorar la dispersión de las fibras descritas en la presente memoria en un medio seleccionado y en las condiciones de aplicación deseadas (p. ej., el pH y la temperatura). Los agentes dispersantes poliméricos ilustrativos incluyen sales (p. ej., amonio, sodio, litio y potasio) de ácidos poliacrílicos con un peso molecular medio superior a 5000, poliacrilamidas modificadas con carboxi (comercializadas, por ejemplo, con la denominación comercial "CYANAMER A-370" de Cytec Industries, West Paterson, NJ, EE. UU.), copolímeros de ácido acrílico y dimetilaminoetilmetacrilato, aminas cuaternarias poliméricas (p. ej., copolímero de polivinilpirrolidona cuaternizado (comercializado, por ejemplo, con la denominación comercial "GAFQUAT 755" de ISP Corp., Wayne, NJ, EE. UU.) y una sustancia celulósica de amina cuaternizada sustituida (comercializada, por ejemplo, con la denominación comercial "JR-400" por Dow Chemical Company, Midland, MI, EE. UU.), sustancias celulósicas, sustancias celulósicas modificadas con carboxi (p. ej., carboximetilcelulosa de sodio (comercializada, por ejemplo, con la denominación comercial "NATROSOL CMC de tipo 7L" por Hercules, Wilmington, DE, EE. UU.), y polialcoholes vinílicos. Se pueden añadir agentes dispersantes poliméricos a las fibras descritas en la presente memoria, por ejemplo, en una cantidad suficiente para hacer un recubrimiento monocapa sobre las superficies de las fibras para inducir humectación espontánea. Las cantidades útiles de agentes dispersantes poliméricos pueden encontrarse en un intervalo, por ejemplo, de 0,05 a 5 por ciento en peso, basado en el peso total de la fibra.

Los ejemplos de antioxidantes que pueden ser útiles en las fibras multicomponente incluyen fenoles impedidos (comercializados, por ejemplo, con la denominación comercial "IRGANOX" por Ciba Specialty Chemical, Basel, Suiza). De forma típica, los antioxidantes se utilizan en un intervalo de 0,1 a 1,5 por ciento en peso, basado en el peso total de la fibra, para mantener las propiedades útiles durante la extrusión y a través de la vida del artículo.

En algunas realizaciones de las fibras útiles para poner en práctica la presente descripción, las fibras pueden ser reticuladas, por ejemplo, mediante radiación o medios químicos. La reticulación química se puede llevar a cabo, por ejemplo, mediante la incorporación de iniciadores de radicales libres térmicos, fotoiniciadores o reticulantes iónicos. Cuando se expone a una longitud de onda adecuada, por ejemplo, un fotoiniciador puede generar radicales libres que producen la reticulación de las cadenas poliméricas. Con la reticulación por radiación los iniciadores y otros agentes de reticulación químicos pueden no ser necesarios. Los tipos adecuados de radiación incluyen cualquier radiación que pueda producir la reticulación de las cadenas poliméricas, tal como la radiación actínica y de partículas (p. ej., luz ultravioleta, rayos X, radiación gamma, haces de iones, haz de electrones u otra radiación electromagnética de altas energías). La reticulación puede llevarse a cabo a un nivel en el que, por ejemplo, se observe un aumento en el módulo de la primera composición polimérica.

En esta solicitud, el término cerámica en las microesferas cerámicas huecas se refiere a vidrios, cerámicas cristalinas, vitrocerámicas, y combinaciones de los mismos. En algunas realizaciones, las microesferas cerámicas huecas útiles para poner en práctica la presente descripción son microburbujas de vidrio. Las microburbujas de vidrio son conocidas en la técnica y pueden obtenerse comercialmente y/o fabricarse mediante métodos conocidos en la técnica (véanse, p. ej., las patentes US- 2.978.340 (Veatch y col.); US-3.030.215 (Veatch y col.); US-3.129.086 (Veatch y col.); US-3.230.064 (Veatch y col.); US-3.365.315 (Beck y col.); US-4.391.646 (Howell); y US-4.767.726 (Marshall); y la publicación de la solicitud de patente - US- 2006/0122049 (Marshall y col.) que se refiere a composiciones de cristal de silicato y métodos de fabricación de microburbujas de vidrio). Las microburbujas de vidrio pueden tener, por ejemplo, una composición química en donde al menos 90 %, 94 %, 97 % del cristal consista prácticamente en al menos 67 % de SiO₂, (p. ej. un intervalo de 70 % a 80 % de SiO₂), un intervalo de 8 % a 15 % de CaO, un intervalo de 3 % a 8 % de Na₂O, un intervalo de 2 % a 6 % de B₂O₃, y un intervalo de 0,125 % a 1,5 % de SO₃.

Cuando se preparan microburbujas de vidrio según métodos conocidos en la técnica (p. ej., machacando frita y calentando las partículas resultantes para formar microburbujas), la cantidad de azufre en las partículas de vidrio (es decir, mineral bruto) y la cantidad y tiempo de calentamiento a la que las partículas se exponen (p. ej., la velocidad a la que las partículas son alimentadas a través de una llama) pueden ajustarse, de forma típica, para proporcionar microburbujas de vidrio de una densidad seleccionada. Cantidades menores de azufre en el mineral

bruto y velocidades de calentamiento más rápidas producen burbujas de mayor densidad como se describe en las patentes US-4.391.646 (Howell) y US-4.767.726 (Marshall).

Las microburbujas de vidrio útiles incluyen las comercializadas por 3M Company con la denominación comercial "3M GLASS BUBBLES" (p. ej., los grados K1, K15, S15, S22, K20, K25, S32, K37, S38, S38HS, S38XHS, K46, A16/500, A20/1000, D32/4500, H50/10000, S60, S60HS e iM30K); las burbujas de vidrio comercializadas por Potters Industries, Valley Forge, PA, EE. UU., (una filial de PQ Corporation) con las denominaciones comerciales "Q-CEL HOLLOW SPHERES" (p. ej., los grados 30, 6014, 6019, 6028, 6036, 6042, 6048, 5019, 5023 y 5028) y "SPHERICEL HOLLOW GLASS SPHERES" (p. ej., los grados 110P8 y 60P18); y partículas de vidrio huecas comercializadas por Silbrico Corp., Hodgkins, IL con la designación comercial "SIL-CELL" (p. ej., sus grados SIL 35/34, SIL-32, SIL-42, y SIL-43).

5

10

15

30

35

40

55

60

65

En determinadas realizaciones, las microesferas cerámicas huecas son microesferas de aluminosilicato extraídas de ceniza de carburante pulverizado recogido de centrales térmicas de carbón (es decir, cenosferas). Cenosferas útiles incluyen las comercializadas por Sphere One, Inc., Chattanooga, TN, con la designación comercial "EXTENDOSPHERES HOLLOW SPHERES" (p. ej., los grados XOL-200, XOL-150, SG, MG, CG, TG, HA, SLG, SL-150, 300/600, 350 y FM-1); y las comercializadas por 3M Company con la denominación comercial "3M HOLLOW CERAMIC MICROSPHERES" (p. ej., los grados G-3125, G-3150 y G-3500).

En algunas realizaciones, las microesferas cerámicas huecas son microesferas de perlita. La perlita es un cristal volcánico amorfo que se expande considerablemente y forma microesferas cuando se calienta suficientemente. La densidad aparente de las microesferas de perlita se encuentra, de forma típica, en un intervalo, por ejemplo, de 30 kg/m³ a 150 kg/m³ (de 0,03 a 0,15 g/cm³). Una composición típica de las microesferas de perlita es de 70 % a 75 % de SiO₂, 12 % a 15 % de Al₂O₃, 0,5 % a 1,5 % de CaO, 3 % a 4 % de Na₂O, 3 % a 5 % de K₂O, 0,5 % a 2 % de Fe₂O₃ y 0,2 % a 0,7 % de MgO. Las microesferas de perlita útiles incluyen las comercializadas, por ejemplo, por Silbrico Corporation, Hodgkins, IL, EE. UU.

En algunas realizaciones, las microesferas cerámicas huecas (p. ej., microburbujas de vidrio) tienen una densidad verdadera media en un intervalo de 100 kg/m³ a 1200 kg/m³ (de 0,1 g/cm³ a 1,2 g/cm³), de 100 kg/m³ a 1000 kg/m³ (de 0,1 g/cm³ a 0,8 g/cm³), de 100 kg/m³ a 800 kg/m³ (de 0,1 g/cm³ a 0,8 g/cm³), de 100 kg/m³ a 500 kg/m³ (de 0,1 g/cm³ a 0,5 g/cm³) o, en algunas realizaciones, de 300 kg/m³ a 500 kg/m³ (0,3 g/cm³ a 0,5 g/cm³). Para algunas aplicaciones, las microesferas cerámicas huecas utilizadas en artículos según la presente descripción se pueden seleccionar sobre la base de su densidad para reducir la conductividad térmica del artículo tanto como sea posible, lo cual sirve, por ejemplo, para el aislamiento térmico. Por tanto, en algunas realizaciones, las microesferas cerámicas huecas tienen una densidad verdadera media de hasta o inferior a 500 kilogramos por metro cúbico (de hasta o inferior a 0,5 gramos por centímetro cúbico). El término "densidad verdadera media" es el cociente obtenido de dividir la masa de una muestra de burbujas de vidrio por el volumen verdadero de esa masa de burbujas de vidrio medido mediante un picnómetro de gases. El "volumen verdadero" es el volumen total máximo de las burbujas de vidrio, no el volumen aparente. A los efectos de esta descripción, la densidad verdadera media se mide utilizando un picnómetro según el método D2840-69 de la ASTM "Densidad verdadera media de partículas de microesferas huecas". El picnómetro puede obtenerse, por ejemplo, con la denominación comercial "Accupyc 1330 Pycnometer" de Micromeritics, Norcross, Georgia, EE. UU. La densidad verdadera media puede medirse, de forma típica, con una precisión de 1 kg/m³ (0,001 g/cc). Por tanto, cada uno de los valores de densidad proporcionados anteriormente pueden ser ± uno por ciento.

El tamaño de partícula medio de las microesferas cerámicas huecas puede situarse, por ejemplo, en un intervalo de 5 a 250 micrómetros (en algunas realizaciones de 5 a 150 micrómetros, de 10 a 120 micrómetros o de 20 a 100 micrómetros). Las microesferas cerámicas huecas pueden tener una distribución de tamaño multimodal (p. ej., bimodal o trimodal) (p. ej., para mejorar la eficiencia de compactación) como se describe, por ejemplo, en la publicación de la solicitud de patente de US-2002/0106501 A1 (Debe). En la presente memoria, el término tamaño se considera equivalente al diámetro y la altura de las burbujas de vidrio. A los efectos de la presente descripción, el tamaño medio en volumen se determina mediante difracción de luz láser dispersando las burbujas de vidrio en agua desionizada desaireada. Los analizadores de tamaños de partículas por difracción de luz láser se comercializan, por ejemplo, con la denominación comercial "SATURN DIGISIZER" por Micromeritics.

La relación de microesferas cerámicas huecas a fibras multicomponente útiles para los artículos y métodos de la presente descripción depende, por ejemplo, de la aplicación, la densidad de fibras en el punto de entrecruzamiento y la distribución del tamaño de las microesferas cerámicas huecas. En algunas aplicaciones de este aislamiento y amortiguación acústica, resulta útil maximizar la cantidad de microesferas cerámicas huecas, de tal manera que las propiedades del artículo sean muy similares a las de las propias microesferas cerámicas huecas. En algunas realizaciones, la cantidad máxima de microesferas cerámicas huecas útiles en los artículos descritos en la presente memoria es la densidad de mayor compactación de las microesferas cerámicas huecas. En algunas realizaciones, el volumen de microesferas cerámicas huecas en los artículos o mezclas de microesferas cerámicas huecas y fibras multicomponente descritas en la presente memoria es de, al menos, 50, 60, 70, 80 o 90 por ciento, basado en el volumen total en el artículo o la mezcla. En algunas realizaciones, las microesferas cerámicas huecas están presentes en un nivel de al menos 95 por ciento en volumen, basado en el volumen total del artículo o la mezcla. En algunas realizaciones, el peso de las microesferas cerámicas huecas en los artículos o mezclas de microesferas cerámicas huecas y fibras multicomponente descritas en la presente

memoria es de al menos 50, 60, 70, 80 o 85 por ciento, basado en el peso total en el artículo o la mezcla. En algunas realizaciones, las microesferas cerámicas huecas están presentes en un nivel de, al menos, 90 por ciento en peso, basado en el peso total del artículo o la mezcla. En algunas realizaciones, el porcentaje de peso o volumen restante en los artículos y las mezclas anteriormente mencionadas lo componen las fibras multicomponente. Es decir, sirven los artículos que comprenden solo las microesferas cerámicas huecas y las fibras multicomponente.

5

10

15

35

50

55

60

65

En algunas realizaciones, el artículo según y/o preparado según la presente descripción además comprende un promotor de la adhesión, que puede servir, por ejemplo, para mejorar la adherencia entre las microesferas cerámicas huecas y las fibras multicomponente. Los promotores de la adherencia útiles incluyen silanos, titanatos y circonatos, que pueden tener un grupo funcional que reaccione con, por ejemplo, la primera composición polimérica de las fibras multicomponente. En estas realizaciones, las microesferas cerámicas huecas pueden ser microesferas con la superficie tratada, por ejemplo, en donde el tratamiento de la superficie es un tratamiento con silano, titanato o circonato. En algunas realizaciones, el promotor de la adhesión es un silano. Los silanos útiles incluyen viniltrimetoxisilano, (3-glicidiloxipropil)trimetoxisilano, (3-aminopropil)trietoxisilano, (3-aminopropil)trimetoxisilano, 3-(trietoxisilil)propilmetacrilato y 3-(trimetoxisilil)propilmetacrilato. La cantidad de promotor de la adhesión puede ser de hasta 5, 4, 3, 2, o 1 por ciento en peso y al menos 0,1, 0,2, 0,5 o 0,75 por ciento en peso, basado en el peso total del artículo o la mezcla. La cantidad de promotor de la adhesión puede ser de hasta 1, 0,75 o 0,5 por ciento en volumen y al menos 0,01, 0,02, 0,05 o 0,075 por ciento en volumen, basado en el volumen total del artículo o la mezcla.

De forma típica, los artículos según la presente descripción no comprenden una matriz polimérica continua, por 20 ejemplo, en la que una pluralidad de las fibras multicomponente microesferas cerámicas huecas se disperse. De modo similar, una mezcla de fibras multicomponente y microesferas cerámicas huecas en el método descrito en la presente memoria no incluye, de forma típica, las fibras y microesferas dispersadas en una matriz continua. En algunas realizaciones, resulta útil para los artículos descritos en la presente memoria y las mezclas en el método de fabricación 25 de los artículos incluir un polímero que no esté incluido en la fibra multicomponente. El polímero puede servir, en algunas realizaciones, por ejemplo, para retener los paquetes de fibras y microesferas cerámicas huecas juntas. Dependiendo de la aplicación, el polímero puede ser un material termoplástico o termoestable. Los polímeros rígidos y flexibles pueden ser útiles. Los polímeros útiles incluyen resinas epoxi, materiales acrílicos (incluidos metacrílicos), poliuretanos (incluidas poliureas), materiales fenólicos, siliconas, poliésteres y polietileno-vinil-acetatos. La cantidad de 30 polímero puede ser de hasta 20, 15, o 10 por ciento en peso y al menos 1, 2, o 5 por ciento en peso, basado en el peso total del artículo o mezcla. La cantidad de polímero puede ser de hasta 7,5, 5, 2,5 por ciento en volumen y al menos 0,1, 0,2, 0,5 o 1 por ciento en volumen, basado en el volumen total del artículo o mezcla.

En algunas realizaciones, los artículos o mezclas de la presente descripción incluyen otras fibras, diferentes de las fibras multicomponente. Se pueden usar otras fibras para impartir propiedades deseables al artículo final. Por ejemplo, se puede usar celulosa, cerámica o fibras de vidrio en el artículo para alterar la rigidez del artículo, reducir más el contenido orgánico del artículo, aumentar la resistencia a la inflamación y/o reducir el coste.

Los artículos según la presente descripción pueden servir, por ejemplo, para aislar varios artículos. Por ejemplo, los artículos según la presente descripción pueden servir para aislar tuberías, árboles de producción, colectores, sondas de percusión, que pueden estar situados, por ejemplo, en entornos debajo del agua (p. ej., sumergidos en el océano). También pueden servir para el aislamiento de tuberías por encima del suelo, placas de aislamiento para camiones cisterna (p. ej., para el transporte de líquido criogénico), almacenamiento en frío o grupos de baterías térmicas para automóviles. Los artículos según la presente descripción también pueden servir para el aislamiento acústico para aplicaciones en automóviles, vagones ferroviarios de pasajeros, aplicaciones arquitectónicas o protección personal. Los artículos según la presente descripción también pueden servir para el aislamiento acústico de determinados electrodomésticos, tales como frigoríficos, utensilios de cocina eléctricos o solares o calentadores de agua.

Debe entenderse que el artículo descrito en la presente memoria, en cualquiera de las distintas realizaciones descritas anteriormente y más adelante, no se sitúa ni une a una fractura en una formación subterránea tal como una formación geológica que contenga hidrocarburos (p. ej., petróleo o gas). De modo similar, en el método descrito en la presente memoria en cualquiera de sus diferentes realizaciones, el calentamiento de la mezcla hasta una temperatura en la que las fibras multicomponente no se funden y en la que la primera composición polimérica tiene un módulo elástico inferior a 3 x 10⁵ Pa (inferior a 3 x 10⁵ N/m²) a una temperatura de al menos 80 °C medido a una frecuencia de un hercio no incluye inyectar la mezcla de microesferas y fibras multicomponente en una formación subterránea tal como una formación geológica que contenga hidrocarburos (p. ej., petróleo o gas) o en una fractura en dicha formación.

Los artículos según la presente descripción proporcionan ventajas con respecto a las espumas sintácticas que se usan, de forma típica, para el aislamiento. Por ejemplo, en las espumas sintácticas, a medida que la cantidad del material de la matriz se reduce, la espuma se vuelve cada vez más quebradiza y frágil. Los paquetes de microesferas huecas que se unen mediante un recubrimiento discontinuo de resina pueden ser muy quebradizos. En cambio, como se describe en algunas realizaciones de la presente memoria, las microesferas cerámicas huecas a niveles muy elevados (p. ej., superiores a 90 por ciento en volumen) pueden unirse junto con las fibras multicomponente para formar un artículo relativamente flexible. La densidad del artículo puede ser esencialmente la misma que la densidad aparente de las microesferas huecas y otras propiedades, tales como la conductividad térmica y la amortiguación acústica, pueden

controlarse mediante las microesferas huecas. El bajo contenido orgánico que puede conseguirse con algunas realizaciones del artículo hace que el artículo resultante sea muy resistente a la inflamación.

El método según la presente descripción incluye proporcionar una mezcla de microesferas cerámicas huecas y fibras multicomponente. El mezclado se puede llevar a cabo mediante técnicas que incluyan el mezclado mecánico y/o electrostático. Se pueden incluir, opcionalmente, disolventes y/o agua para contribuir a un mezclado uniforme de las microesferas y las fibras. En algunas realizaciones, las fibras y las microesferas se mezclan en un proceso convencional de disposición. En algunas realizaciones, sin embargo, el mezclado de las microesferas cerámicas huecas y las fibras multicomponente es un proceso sin disolventes, lo cual puede ser ventajoso porque no es necesario calentar para evaporar el agua o los disolventes residuales, pudiendo eliminar etapas del proceso y reducir los costes. El mezclado se puede llevar a cabo, por ejemplo, mediante mecanismos de mezclado por convección, mezclado difusivo y mezclado con cizalladura. Por ejemplo, el mezclado de las microesferas con las fibras multicomponente puede realizarse utilizando mezcladores giratorios convencionales (p. ej., mezclador en v, de doble cono o de cubo rotatorio); mezcladores por convección (p. ej., mezcladores de cinta, mezclador nauta); mezcladores de lecho fluidizado; o mezcladores de alta cizalladura. En algunas realizaciones, las microesferas cerámicas huecas y las fibras multicomponente se revuelven juntas en un recipiente adecuado. En otras realizaciones, las fibras multicomponente pueden formarse primero en una banda, por ejemplo, mediante deposición por aire y ligado térmico, y la banda resultante se puede sacudir junto con las microesferas cerámicas huecas. En aún otras realizaciones, el mezclado de las fibras multicomponente y las microesferas cerámicas huecas se puede llevar a cabo a mano, por ejemplo, en agua. Las fibras multicomponente pueden estar en haces cuando se forman y métodos adecuados tales como deposición en húmedo, deposición por aire y someter las fibras a un triturador pueden servir para separar las fibras y exponer sus superficies.

Para los métodos según la presente descripción, se calienta una mezcla de las fibras multicomponente y microesferas cerámicas huecas a una temperatura a la que las fibras multicomponente no se funden y a la que la primera composición polimérica tiene un módulo elástico inferior a 3 x 10⁵ Pa (inferior a 3 x 10⁵ N/m²) a una temperatura de al menos 80 °C medido a una frecuencia de un hercio. La primera composición polimérica se vuelve pegajosa a esta temperatura y adhiere las fibras multicomponente entre sí y adhiere las microesferas cerámicas huecas a las fibras. Se pueden añadir otros promotores de la adherencia u otros polímeros a la mezcla como se ha descrito anteriormente. En algunas realizaciones, la mezcla se coloca en un molde antes de calentarla. Se puede aplicar presión al molde, si se desea, para consolidar el paquete de microesferas cerámicas huecas y fibras multicomponente. El calentamiento se puede llevar a cabo en un horno convencional o usando calentamiento por microondas, infrarrojos o radio frecuencia. En algunas realizaciones, la mezcla se coloca adyacente a (p. ej., en contacto con) un artículo que deba aislarse antes de calentarla. En otras realizaciones, el artículo puede formarse como una placa u hoja para su posterior colocación adyacente a un artículo que deba aislarse.

Algunas realizaciones de la descripción

5

10

15

20

25

30

35

45

55

60

65

En una primera realización, la presente descripción proporciona un artículo que comprende:

fibras multicomponente que tienen superficies exteriores y comprenden, al menos, una primera composición polimérica y una segunda composición polimérica, en donde al menos una parte de las superficies exteriores de las fibras multicomponente comprende la primera composición polimérica y en donde las fibras multicomponente se adhieren juntas pero no se funden; y

microesferas cerámicas huecas adheridas a, al menos, la primera composición polimérica sobre las superficies exteriores de, al menos, algunas de las fibras multicomponente.

En una segunda realización, la presente descripción proporciona el artículo de la primera realización, en donde el artículo no comprende una matriz polimérica continua.

50 En una tercera realización, la presente descripción proporciona el artículo de la primera o segunda realización, en donde las microesferas cerámicas huecas se unen directamente a las superficies exteriores de las fibras multicomponente.

En una cuarta realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a tercera, en donde las microesferas cerámicas huecas tienen una densidad verdadera media inferior a 500 kilogramos por metro cúbico (inferior 0,5 gramos por centímetro cúbico).

En una quinta realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a cuarta, en donde la primera composición polimérica tiene una temperatura de reblandecimiento de hasta 150 °C, en donde la segunda composición polimérica tiene un punto de fusión de al menos 130 °C, y en donde la diferencia entre la temperatura de reblandecimiento de la primera composición polimérica y el punto de fusión de la segunda composición polimérica es de al menos 10 °C.

En una sexta realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a quinta, en donde la primera composición polimérica tiene un módulo elástico inferior a 3 x 10⁵ Pa (inferior a 3 x 10⁵ N/m²) a una temperatura de al menos 80 °C medido a una frecuencia de un hercio.

En una séptima realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a sexta, en donde la primera composición polimérica es al menos una de un copolímero de etileno y alcohol vinílico, ácido etilenmetacrílico al menos parcialmente neutralizado o copolímero de etileno y ácido acrílico, poliuretano, polioximetileno, polipropileno, poliolefina, copolímero de etileno y acetato de vinilo, poliéster, poliamida, fenoxi, vinilo o material acrílico.

5

En una octava realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a séptima, en donde la segunda composición polimérica es al menos una de un copolímero de etileno y alcohol vinílico, poliamida, polioximetileno, polipropileno, poliester, poliuretano, polisulfona, poliimida, polieteretercetona o policarbonato.

10

En una novena realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a octava, en donde las fibras multicomponente no son fusibles a una temperatura de, al menos, 110 °C.

En una décima realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a novena, en donde las fibras multicomponente tienen una longitud en el intervalo de 3 milímetros a 60 milímetros.

15

En una undécima realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a décima, en donde las fibras multicomponente tienen un diámetro en el intervalo de 10 a 100 micrómetros.

20

En una decimosegunda realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a undécima, en donde las microesferas cerámicas huecas están presentes a un nivel de al menos 95 por ciento en volumen, basado en el volumen total del artículo.

25

En una decimotercera realización, la presente descripción proporciona el artículo absorbente de una cualquiera de las realizaciones primera a decimosegunda, en donde las microesferas cerámicas huecas son microburbujas de vidrio o microesferas de perlita.

En una decimocuarta realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a decimotercera que tiene una densidad de hasta 500 kilogramos por metro cúbico (hasta 0,5 gramos por centímetro cúbico).

30

En una decimoquinta realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a decimocuarta, que además comprende un promotor de la adhesión.

35

En una decimosexta realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a decimoquinta, que además comprende hasta 5 por ciento en volumen de un polímero no incluido en la fibra multicomponente.

En una decimoséptima realización, la presente descripción proporciona el artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a decimosexta, que además comprende otras fibras diferentes.

40

En una decimoctava realización, la presente descripción proporciona el uso del artículo de una cualquiera de las realizaciones primera a decimoséptima para, al menos, un aislamiento térmico, aislamiento acústico o aislamiento eléctrico.

45 En una decimonovena realización, la presente descripción proporciona un método de fabricación de un artículo que puede ser un método de preparación de aislamiento, comprendiendo el método:

proporcionar una mezcla de microesferas cerámicas huecas y fibras multicomponente, comprendiendo las fibras

multicomponente al menos una primera composición polimérica y una segunda composición polimérica; y calentar la mezcla hasta una temperatura en la que las fibras multicomponente no se funden y en la que la primera composición polimérica tiene un módulo elástico inferior a 3 x 10⁵ Pa (inferior a 3 x 10⁵ N/m²) medido a una frecuencia de un hercio.

50

En una vigésima realización, la presente descripción proporciona el método de la decimonovena realización, en donde la primera composición polimérica tiene una temperatura de reblandecimiento de hasta 150 °C, en donde la segunda composición polimérica tiene un punto de fusión de al menos 130 °C, y en donde la diferencia entre la temperatura de reblandecimiento de la primera composición polimérica y el punto de fusión de la segunda composición polimérica es de al menos 10 ℃.

55

En una vigesimoprimera realización, la presente descripción proporciona el método de la decimonovena o vigésima realización, en donde las fibras multicomponente tienen una longitud en un intervalo de 3 milímetros a 60 milímetros y un diámetro en el intervalo de 10 a 100 micrómetros.

65

60

En una decimosegunda realización, la presente descripción proporciona el método de una cualquiera de las realizaciones decimonovena a vigesimoprimera, en donde las microesferas cerámicas huecas están presentes a un nivel de al menos 90 por ciento en peso, basado en el peso total de la mezcla.

En una vigesimotercera realización, la presente descripción proporciona el método de una cualquiera de las realizaciones decimonovena a vigesimosegunda, en donde las microesferas cerámicas huecas son microburbujas de vidrio o microesferas de perlita.

5 En una vigesimocuarta realización, la presente descripción proporciona el método de una cualquiera de las realizaciones decimonovena a vigesimotercera, en donde la mezcla además comprende un promotor de la adhesión.

En una vigesimoquinta realización, la presente descripción proporciona el método de una cualquiera de las realizaciones decimonovena a vigesimocuarta, en donde la mezcla además comprende hasta 20 por ciento en peso de un polímero no incluido en la fibra multicomponente.

En una vigesimosexta realización, la presente descripción proporciona el método de una cualquiera de las realizaciones decimonovena a vigesimoquinta, en donde antes de calentarla, la mezcla se pone en contacto con el artículo que se debe aislar.

En una vigesimoséptima realización, la presente descripción proporciona el método de una cualquiera de las realizaciones decimonovena a vigesimosexta, en donde la mezcla además comprende otras fibras diferentes.

Para mejorar la comprensión de esta descripción, se describen los siguientes ejemplos. Los materiales y cantidades particulares de los mismos indicados en dichos ejemplos, así como otras condiciones y detalles, no deben tomarse como una limitación indebida de esta descripción.

Ejemplos

10

15

30

35

50

En estos ejemplos, todos los porcentajes, proporciones y relaciones son en peso salvo que se indique otra cosa. Se utilizan estas abreviaturas en los siguientes ejemplos: g = gramo, min = minutos, pulg.= pulgada, m = metro, cm = centímetro, mm = milímetro y ml = mililitro.

Métodos de ensayo

Pérdida por transmisión acústica

El ensayo de pérdida por transmisión acústica se llevó a cabo según el método de ensayo E2611-09 de la ASTM, "Método de ensayo estándar para medir la transmisión acústica a incidencia normal en materiales acústicos basado en el método de determinación de la matriz de transferencia". Se obtuvo un kit de un tubo de impedancia tipo "4206 - T" de Brüel & Kjaer, Norcross, Georgia, EE. UU.

Conductividad térmica

- 40 Se midió la conductividad de unos artículos que comprendían fibras multicomponente y microesferas huecas (material compuesto) usando un instrumento de medición de conductividad térmica (modelo "F200" obtenido de LaserComp Inc., Saugus, MA, EE. UU.). La temperatura media se ajustó a 10, 20, 30, 40, 50 o 60 ℃ y se midió el flujo de calor cuando la muestra había alcanzado la temperatura ajustada.
- 45 Ensayos de quemado horizontal y vertical

Se realizó un ensayo de quemado vertical según el procedimiento descrito en el ensayo de inflamabilidad "FAR 25.853 (a) (1) (i)", en donde la muestra se somete a un quemador vertical durante 60segundos. Se realizó un ensayo de quemado horizontal según el procedimiento descrito en el ensayo de inflamabilidad FAR 25.856 (a).

Materiales

DENOMINACIÓN COMERCIAL	<u>DESCRIPCIÓN</u>	PROVEEDOR
N/A	Acrilato de n-butilo	BASF North America, Florham Park, NJ,EE. UU.
N/A	Acrilato de etilo	BASF
"RHODACAL DS-10"	Dodecilbencenosulfonato de sodio	Rhodia, Cranberry, NJ, EE. UU.
"T-DET N-10.5"	Nonilfenol etoxilado con poli(óxido de etileno)	Harcros Chemicals, Kansas City, KS, EE. UU.
N/A	Ácido acrílico	Dow Chemical, Midland, MI, EE. UU.
N/A	Persulfato de potasio	Sigma-Aldrich, Milwaukee, WI, EE. UU.
N/A	Meta-bisulfito de sodio	Sigma-Aldrich
"ULTRAMID B24"	Poliamida 6	BASF
"AMPLIFY IO 3702"	Ionómero de ácido etilenacrílico	Dow Chemical

"3M GLASS BUBBLES""K15" y "K1"	Burbujas de vidrio	3M Company, St. Paul, MN
"ARALDITE PZ-323"	Dispersión de resina epoxídica	Huntsman, The Woodlands, TX, EE. UU.
"Z-6137"	Homopolímero de aminoetilaminopropil-silano-triol H ₂ NC ₂ H ₄ NHC ₃ H ₆ -Si(OH) ₃ en agua	Dow Coming, Midland, MI, EE. UU.
"ISOFRAX"	Fibras de cerámica	Thermal Ceramics, Augusta, GA, EE. UU.
"AIRFLEX 600BP"	Dispersión polimérica de copolímeros de acetato de vinilo, éster de ácido acrílico y etileno en agua	Air Products and Chemicals, Allentown, PA, EE. UU.
"FOAMMASTER 111"	Desespumante	Henkel, Edison, NJ, EE. UU.
"MP 9307C"	Floculante	Mid South Chemical, Ringgold, LA, EE. UU.

Preparación de una emulsión acrílica:

Se preparó una emulsión acrílica según la siguiente descripción: se hizo un terpolímero de acrilato de etilo/acrilato de n-butilo/ácido acrílico (66/26/8) mediante polimerización en emulsión. En un recipiente de reacción de dos litros equipado con agitación de velocidad variable, entrada y salida de nitrógeno y un condensador enfriado por agua se añadieron 600 g de agua destilada, 4,8 g de dodecilbencenosulfonato de sodio "RHODACAL DS-10" y 4,8 g de nonilfenol etoxilado con poli(óxido de etileno) "T-DET N-10.5". La composición se mezcló hasta que se disolvieron los sólidos. A continuación se añadió una mezcla que comprendía 264 g de acrilato de etilo, 104 g de acrilato de n-butilo y 32 g de ácido acrílico al reactor con una velocidad de agitación de 350 rpm. Se inició la purga de nitrógeno y el recipiente se calentó a 32 °C. Con la temperatura a 32 °C se añadieron 0,30 g de persulfato de potasio y 0,08 g de meta-bisulfito de sodio al recipiente. Comenzó una reacción exotérmica. Después de que la temperatura alcanzara el máximo, la solución se dejó calentar a temperatura ambiente.

15 <u>Ejemplo 1</u>:

10

Se prepararon unos artículos que comprendían materiales compuestos de fibras multicomponente y microesferas huecas como se describe a continuación.

Las fibras multicomponente se prepararon como se describe en general en el Ejemplo 1 de la patente US-4.406.850 (Hills), salvo que (a) la boquilla se calentó a la temperatura indicada en la Tabla 1, a continuación; (b) la boquilla de extrusión tenía dieciséis orificios dispuestos en dos filas de ocho orificios, en donde la distancia entre los orificios era de 12,7 mm (0,50 pulgada) con un paso cuadrado, y la boquilla tenía una longitud transversal de 152,4 mm (6,0 pulgadas); (c) el diámetro del orificio era de 1,02 mm (0,040 pulgada) y la relación entre la longitud y el diámetro era de 4,0; (d) las velocidades relativas de extrusión en gramos por orificio por minuto de las dos corrientes se indican en la Tabla 1;. (e) las fibras se transportaron hacia abajo en una distancia indicada en la Tabla 1, se enfriaron con aire comprimido y se enrollaron sobre un núcleo; y (f) la velocidad de hilado se ajustó mediante un rodillo de arrastre a las velocidades que se indican en la Tabla 1.

30 Tabla 1

35

40

45

Fibra multicomponente	Velocidad del núcleo, gramos por orificio por minuto	envoltura, gramos	•	Velocidad del rodillo de arrastre, metros/minuto	Distancia de enfriamiento, centímetros
Fibra 1	0,25	0,24	220	950	36

El material del núcleo (segunda composición polimérica) para las fibras multicomponente del Ejemplo 1 era poliamida "ULTRAMID B24". El material de la envoltura (primera composición polimérica) era ionómero de ácido etilenacrílico "AMPLIFY IO 3702". Las fibras multicomponente tenían una densidad de fibra de aproximadamente 1020 kg/m³ (aproximadamente 1,02 g/mL), un diámetro medio de aproximadamente 20 micrómetros y se cortaron a una longitud de aproximadamente 6 mm.

Se descubrió que la temperatura de reblandecimiento del ionómero de ácido etilenacrílico "AMPLIFY IO 3702" era de 110 °C cuando se evaluó usando el método descrito en la Descripción detallada (página 6, líneas 24 a 35). Es decir, la temperatura de entrecruzamiento fue de 110 °C. También usando este método, salvo el uso de una frecuencia de 1,59 Hz, se descubrió que el módulo elástico era de 8,6 x 10⁴ Pa (8,6 x 10⁴ N/m²) a 100 °C, 6,1 x 10⁴ Pa (6,1 x 10⁴ N/m²) a 110 °C, 4,3 x 10⁴ Pa (4,3 x 10⁴ N/m²) a 120 °C, 2,8 x 10⁴ Pa (2,8 x 10⁴ N/m²) a 130 °C, 1,9 x 10⁴ Pa (1,9 x 10⁴ N/m²) a 140 °C, 1,2 x 10⁴ Pa (1,2 x 10⁴ N/m²) a 150 °C, y 7,6 x 10³ Pa (7,6 x 10³ N/m²) a 160 °C. Según indica Dow Chemical en una ficha técnica de fecha 2011, el punto de fusión del ionómero del ácido etilenacrílico "AMPLIFY IO 3702" es de 92,2 °C. Según indica BASF en una ficha técnica del producto de fecha

septiembre de 2008, el punto de fusión de la poliamida 6 "ULTRAMID B24" es de 220 °C. El grado de la poliamida 6 "ULTRAMID B24" no contenía dióxido de titanio. Se evaluó una fibra que tenía la misma envoltura pero obtenida con la denominación comercial "SURYLYN 1702" de E. I. duPont de Nemours & Company, Wilmington, Del., EE. UU., en cuya ficha técnica de producto de fecha 2010 se indica que tiene un punto de fusión de 93 °C y la misma velocidad de flujo de la masa fundida que el ionómero de ácido etilenacrílico "AMPLIFY IO 3702" y un núcleo hecho de "ZYTEL RESIN 101NC010" de E.I. DuPont de Nemours & Company usando el método descrito en la página 6, líneas 4 a 11. El diámetro de la fibra cambió menos de 10 % cuando la evaluación se realizó a 150 °C. Se descubrió que las fibras no eran fusibles. Véase el Ejemplo 5 de la patente - US- 2010/0272994 (Carlson y col.).

Se preparó una mezcla de microesferas y fibras añadiendo los siguientes materiales a un vaso de precipitados de plástico de 1 litro: 30 g de microesferas "3M GLASS BUBBLES K15" (densidad de 150 kg/m³ (0,15 g/mL)), 3,0 g de fibras multicomponente, 5,7 g de dispersión de resina epoxídica "ARALDITE PZ-323" (76,5 % de sólidos), 0,48 g de homopolímero de aminoetilaminopropil-silano-triol "Z-6137" (24 % de sólidos) y 150 g de agua desionizada. La mezcla se mezcló a mano hasta que las fibras multicomponente se dispersaron completamente. A continuación se vertió la mezcla en un molde de fundición de aluminio de 1,27 cm (0,5 pulg.) de profundidad y de 20,3 cm por 20,3 cm (8 pulg. por 8 pulg.) revestido con una lámina de aluminio. La lámina de aluminio se plegó sobre la mezcla y el molde cubierto se colocó encima de la lámina. Se colocaron cuatro pinzas en C en las 4 esquinas del molde para comprimirlo. A continuación se colocó el molde de fundición en un horno precalentado a 149 °C (300 °F) durante 60 minutos para consolidar un material compuesto de microesferas y fibras. Una vez enfriado, se retiró el material compuesto del molde. El material compuesto se secó adicionalmente a la misma temperatura durante 60 minutos. La carga del peso y del volumen del material compuesto se muestran en la Tabla 2, a continuación.

Tabla 2

	Peso (g)	Carga del peso (%)	Carga del volumen
			(%)
Fibras multicomponente	3	7,6	1,4
microesferas	30	76,5	95,6
Dispersión de resina epoxídica	5,7	14,6	2,7
"Z-6137"	0,48	1,2	0,2

25

La densidad del material compuesto de microesferas y fibras era de 107 kg/m³ (0,107 g/mL). El material compuesto de microesferas y fibras con la lámina de aluminio se sometió al ensayo de quemado vertical descrito anteriormente y lo pasó. En el ensayo de quemado horizontal, la llama se autoextinguió en 10 segundos.

30 Se midió la conductividad térmica como se ha descrito anteriormente. Los resultados se recogen en la Tabla 3, a continuación.

Tabla 3

Temperatura media (℃)	Conductividad térmica (W/mK)
10	0,0386
30	0,0409
50	0,0433
60	0,0444

35

40

Ejemplo 2

Se preparó un material compuesto de microesferas y fibras como se describe en el Ejemplo 1, salvo que la mezcla de microesferas y fibras comprendía: 20 g de microesferas "3M GLASS BUBBLES K15", 5 g de fibras multicomponente, 2 g de "Z-6137" y 300 g de agua. La carga del peso y del volumen del material compuesto de microesferas y fibras se muestra en la Tabla 4, a continuación.

Tabla 4

	Peso (g)	Carga del peso (%)	Carga del volumen (%)
Fibras multicomponente	5	19,62	3,53
Microesferas	20	78,49	96,12
"Z-6137"	2	1,88	0,35

Ejemplo 3:

Se preparó un material compuesto de microesferas y fibras como se describe en el Ejemplo 1, salvo que la mezcla de microesferas y fibras comprendía: 20 g de microesferas "3M GLASS BUBBLES K15", 5 g de fibras multicomponente, 10 g de emulsión acrílica y 300 g de agua. La carga del peso y del volumen del material compuesto de microesferas y fibras se muestra en la Tabla 5, a continuación.

Tabla 5

Materiales	Peso (g)	Carga del peso	Carga del
		(%)	volumen (%)
Fibras multicomponente	5	17,2	3,45
microesferas	20	69,0	93,7
emulsión acrílica	10	13,8	2,8

10

El Ejemplo 3 se sometió al método de ensayo de quemado horizontal y la llama se autoextinguió en 13 segundos. Los Ejemplos 2 y 3 se sometieron al ensayo de conductividad térmica, como se ha descrito anteriormente. Los resultados se recogen en la Tabla 6, a continuación.

15 Tabla 6

Tarana aratuwa maadia (90)	Conductividad térmica (W/mK)		
Temperatura media (℃)	Ejemplo 2	Ejemplo 3	
10	0,0359	0,0355	
30	0,0383	0,0377	
50	0,0407	0,0401	
60	0,0418	0,0413	

Ejemplo 4:

Se preparó un material compuesto de microesferas y fibras como se describe en el Ejemplo 1, salvo que la mezcla de microesferas y fibras comprendía: 2,9 g de microesferas "3M GLASS BUBBLES K15", 0,73 g de fibras multicomponente, 0,58 g de emulsión acrílica y 43,50 g de agua. La carga del peso y del volumen del material compuesto de microesferas y fibras se muestra en la Tabla 7, a continuación.

25 Tabla 7

Materiales	Peso (g)	Carga del peso (%)	Carga del volumen (%)
Fibras multicomponente	0,73	18,9	3,5
Microesferas	2,90	75,1	95,3
Emulsión acrílica	0,58	6,0	1,1

Ejemplo 5:

30 Se preparó un material compuesto de microesferas y fibras como se describe en el Ejemplo 4, salvo que se dispuso una capa de 0,16 cm (0,0625 pulg.) de espesor de fibras multicomponente adyacente al material compuesto de microesferas y fibras. La capa se preparó mediante deposición por aire de las fibras, haciendo una banda que tenía una densidad de banda de aproximadamente 200 g/m². La banda se ligó térmicamente a través de un horno de secado de 5,5 metros de longitud ajustado a 120 °C. El horno de secado comprendía una cinta transportadora ajustada a una velocidad de 1 m/min. Al final del horno de secado se usó un rodillo de presión para ajustar el espesor final de la banda a 0,16 cm (0,0625 pulgada). A continuación se calentó el material compuesto a 135 °C (275 °F) durante 30 minutos en un horno precalentado.

Ejemplo 6:

40

Se preparó un material compuesto de microesferas y fibras como se describe en el Ejemplo 1, salvo que la mezcla de microesferas y fibras comprendía: 2,9 g de microesferas "3M GLASS BUBBLES K15", 1,45 g de fibras multicomponente, 0,07 g de emulsión acrílica y 43,50 g de agua. La carga del peso y del volumen del material compuesto de microesferas y fibras se muestra en la Tabla 8, a continuación.

Tabla 8

Materiales	Peso (g)	Carga del peso (%)	Carga del volumen (%)
Fibras multicomponente	1,45	33,1	6,5
Microesferas	2,90	66,2	93,0
Emulsión acrílica	0,07	0,64	0,13

Se midió la pérdida por transmisión acústica de los Ejemplos 4, 5 y 6 como se ha descrito anteriormente. Los resultados se recogen en la Tabla 9, a continuación.

Tabla 9

Eroquonoio (Uz)	Pérdida por transmisión (dB)			
Frecuencia (Hz)	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	
400	8,7	16,9	35,4	
700	10,8	15,6	28,7	
1100	11,9	14,9	20,0	
1500	13,0	17,3	22,4	
2000	14,6	19,3	27,2	
2500	16,4	20,6	30,2	
3000	18,3	22,9	32,9	

10 <u>Ejemplo 7</u>:

Los siguientes materiales se añadieron a un mezclador: 5 g de fibras multicomponente preparadas como se describe en el Ejemplo 1, 15 g de microesferas "3M GLASS BUBBLES K1", 50 g de fibras cerámicas "ISOFRAX", 1,5 g de dispersión polimérica "AIRFLEX 600BP", 0,1 g desespumante "FOAMMASTER 111", 0,15 g de floculante "MP 9307C", y 3000 g de agua corriente. El mezclador funcionó a velocidad baja y la mezcla de microesferas y fibras se mezcló durante 5 minutos. La suspensión acuosa de microesferas y fibras se vertió en una máquina para hacer hojas de papel manual que era una caja de 20,3 cm por 20,3 cm (8 pulg. por 8 pulg.) de 7,6 cm de profundidad (3 pulg.), equipada con un tamiz de 74 micrómetros (malla de 200) en el fondo y una válvula inferior. Se evacuó el agua de la máquina de hacer papel abriendo la válvula inferior. El material compuesto resultante de microesferas y fibras se secó en un horno durante 60 minutos a 149 ℃. Se midió la conductividad térmica como se ha descrito anteriormente. Los resultados se recogen en la Tabla 10, a continuación.

Tabla 10

Tomporatura madia (90)	Conductividad térmica (W/mK)
Temperatura media (°C)	Ejemplo 7
10	0,03531
30	0,03747
50	0,03963
60	0,04070

25

15

20

A los expertos en la técnica les resultarán obvias varias modificaciones y alteraciones de la presente descripción sin salirse del alcance de la presente invención según se define en las reivindicaciones adjuntas.

Se deberá entender que no está previsto que la presente descripción está indebidamente limitada por las realizaciones ilustrativas y los ejemplos definidos en la presente memoria y, de esta forma, dichos ejemplos y realizaciones se presentan solamente a modo de ejemplo, donde solamente se pretende que el alcance de la descripción esté limitado por el conjunto de reivindicaciones definidas de la siguiente forma.

REIVINDICACIONES

1. Un artículo que comprende:

5

fibras multicomponente que tienen superficies exteriores y comprenden, al menos, una primera composición polimérica y una segunda composición polimérica, en donde al menos una parte de las superficies exteriores de las fibras multicomponente comprende la primera composición polimérica, y en donde las fibras multicomponente se adhieren juntas pero no se funden; y microesferas cerámicas huecas adheridas a al menos la primera composición polimérica sobre las superficies exteriores de al menos algunas de las fibras multicomponente.

10

El artículo de la reivindicación 1, en donde el artículo no comprende una matriz polimérica continua. 2.

15

3.

El artículo de una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en donde la primera composición polimérica tiene una temperatura de reblandecimiento de hasta 150 °C, en donde la segunda composición polimérica tiene un punto de fusión de al menos 130 °C, y en donde la diferencia entre la temperatura de reblandecimiento de la primera composición polimérica y el punto de fusión de la segunda composición polimérica es al menos 10 °C, y en donde la temperatura de reblandecimiento se determina utilizando un reómetro de esfuerzo controlado como la temperatura a la cual el módulo elástico y el módulo viscoso son idénticos.

20

4. El artículo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la primera composición polimérica tiene un módulo elástico inferior a 3 x 10⁵ N/m² a una temperatura de al menos 80 °C medido a una frecuencia de un hercio.

25

5. El artículo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde las fibras multicomponente no se funden a una temperatura de al menos 110 °C.

30

El artículo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde las microesferas cerámicas huecas están presentes a un nivel de al menos 50 por ciento en volumen, basado en el volumen total del artículo.

8.

6.

7. El artículo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde las microesferas cerámicas huecas están presentes a un nivel de al menos 90 por ciento en volumen, basado en el volumen total del artículo.

35

El artículo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde las microesferas cerámicas huecas son microburbujas de vidrio o microesferas de perlita.

9. El artículo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde las microesferas cerámicas huecas se unen directamente a la primera composición polimérica a las superficies exteriores de las fibras multicomponente sin adhesivo ni otro aglutinante entre las microesferas cerámicas huecas y la primera composición polimérica.

40

El artículo de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que además comprende un promotor de la adhesión. 10.

45

El artículo de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que además comprende hasta 5 por ciento en 11. volumen de un polímero no incluido en la fibra multicomponente.

12. El artículo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que además comprende otras, fibras diferentes, o que además comprende al menos uno de fibras de celulosa, cerámica, o vidrio.

50

13. Uso del artículo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores para al menos uno de aislamiento térmico, aislamiento acústico, o aislamiento eléctrico.

14. Un método para fabricar un artículo de las reivindicaciones 1-12, comprendiendo el método:

55

proporcionar una mezcla de microesferas cerámicas huecas y fibras multicomponente. comprendiendo las fibras multicomponente al menos una primera composición polimérica y una segunda composición polimérica; y

calentar la mezcla hasta una temperatura en la que las fibras multicomponente no se funden y en la que la primera composición polimérica tiene un módulo elástico inferior a 3 x 10⁵ N/m² medido a una frecuencia de un hercio.

60

El método de la reivindicación 14, en donde antes de calentarla, la mezcla se pone en contacto con el 15. artículo que debe ser aislado.

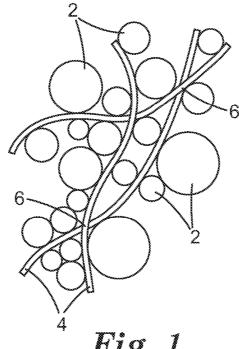
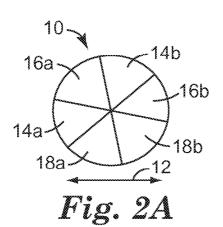


Fig. 1



20. 24 26 -22 Fig. 2B

