

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 717 760**

51 Int. Cl.:

C08F 2/22 (2006.01)

C08F 220/20 (2006.01)

C09D 133/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.10.2014 PCT/US2014/062984**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.05.2015 WO15066227**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.10.2014 E 14799284 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.01.2019 EP 3063181**

54 Título: **Emulsiones de polímero acuoso hidrófilo/hidrófobo y productos y métodos relacionados con las mismas**

30 Prioridad:

29.10.2013 US 201361896733 P

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

25.06.2019

73 Titular/es:

**ALLEGIANCE CORPORATION (100.0%)
1500 Waukegan Road
Waukegan, IL 60085, US**

72 Inventor/es:

**HOLGUIN, DANIEL L.;
MAYER, ANDRE;
LEE, SOU PHONG;
MEYERS, MICHAEL;
KOPP, DENNIS;
WONG, WEI CHEONG;
LOW, CHII YI;
WANG, SHIPING;
HU, XIAOCHUAN y
CHONG, CHUANG SIM**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 717 760 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

Emulsiones de polímero acuoso hidrófilo/hidrófobo y productos y métodos relacionados con las mismas

5 **Campo**

Una formulación de recubrimiento hecha a partir de una emulsión de copolímero, utilizada para recubrir artículos, y un método para la fabricación y el recubrimiento de dichos artículos.

10 **Antecedentes**

Los artículos médicos, tales como los guantes y otros artículos elastoméricos, con frecuencia entran en contacto con líquidos y fluidos durante su uso. Dichos artículos forman una barrera entre la piel del usuario y el entorno externo. Los guantes médicos, tales como los guantes de examen y los guantes quirúrgicos, son ejemplos de artículos utilizados en el ámbito de la atención médica y que desempeñan un papel clave en la minimización de la propagación de enfermedades infecciosas. Dichos artículos los usan frecuentemente los profesionales de la salud. Por tanto, es importante que los artículos médicos, tales como los guantes, proporcionen una barrera eficaz, proporcionando al mismo tiempo un nivel adecuado de comodidad al usuario. Los artículos recubiertos en particular son en caso ideal lisos y no adhesivos y preferentemente tienen un recubrimiento que no se desprende. Existe una necesidad en la técnica de dichos artículos y métodos de fabricación de dichos artículos.

Se han utilizado recubrimientos en productos, tal como para potenciar las características deseables de los guantes de goma. Se han desarrollado recubrimientos anteriores, tal como los que se desvelan en las Patentes de los EE.UU. N.º 4.548.844; 4.575.476; 6.242.042; 6.706.313; 7.179.415; 6.772.443; 7.032.251; 6.706.836; 6.743.880; 7.019.067; 6.653.427; 6.828.399; 6.284.856; y 5.993.923.

Sumario

La presente invención proporciona un método para la preparación de una emulsión de copolímero que comprende: combinar simultáneamente una alimentación de monómeros y una alimentación de preemulsión para formar una emulsión, en donde la alimentación de monómeros comprende al menos un 50 % en peso de monómero hidrosoluble basado en el peso de monómero total de la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión y la alimentación de preemulsión comprende al menos el 10 % en peso de monómero no hidrosoluble basado en el peso de monómero total de la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión, y en donde la alimentación de preemulsión también contiene un monómero hidrosoluble; en donde el monómero no hidrosoluble comprende una mezcla de al menos dos o más monómeros insolubles seleccionados entre el grupo que consiste en acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de propilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de metilo, metacrilato de laurilo, metacrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de trifluoroetilo, acrilato de isooctilo, acrilato de isodecilo, metacrilato de dimetilaminoetilo.

40

Breve descripción de los dibujos

Una divulgación completa y habilitante, que incluye el mejor modo de la misma dirigido a un experto en la materia, se expone en la memoria descriptiva, que hace referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

45

La Fig. 1A es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 500 veces, de un guante quirúrgico recubierto con un recubrimiento comparativo hidrosoluble sin un agente de reticulación;

La Fig. 1B es una imagen de microscopio electrónico de barrido del guante en la Fig. 1A con un aumento de 1000 veces;

50

La Fig. 2A es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 500 veces, de un segundo guante quirúrgico recubierto con un recubrimiento hidrosoluble comparativo y aplicado con un agente de reticulación.

La Fig. 2B es una imagen de microscopio electrónico de barrido del guante en la Fig. 2A con un aumento de 1000 veces.

55

La Fig. 3A es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 500 veces, de un guante quirúrgico recubierto con una realización de un recubrimiento de emulsión como se desvela en el presente documento y se aplica con un agente de reticulación.

La Fig. 3B es una imagen de microscopio electrónico de barrido del guante de la Fig. 3A con un aumento de 1000 veces;

60

La Fig. 4A es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 200 veces, de un guante quirúrgico recubierto con un recubrimiento comparativo a base de disolvente y aplicado con un agente de reticulación;

La Fig. 4B es una imagen de microscopio electrónico de barrido del guante en la Fig. 3A con un aumento de 1000 veces.

65

La Fig. 5 es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, de un segundo guante quirúrgico recubierto con un recubrimiento comparativo a base de disolvente y aplicado con un agente de

reticulación;

La Fig. 6 es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, de un segundo guante quirúrgico recubierto con una segunda realización de un recubrimiento de emulsión como se desvela en el presente documento y se aplica con un agente de reticulación; y

5 La Fig. 7 es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, de un tercer guante quirúrgico recubierto con un recubrimiento de emulsión como se desvela en el presente documento y se aplica con un agente de reticulación.

10 La Fig. 8A es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, del lado del paciente (es decir, el lado exterior del guante cuando se usa) de un cuarto guante quirúrgico recubierto con otra realización de un recubrimiento de emulsión como se desvela en el presente documento y se aplica con un agente de reticulación y sin imprimación ácida.

La Fig. 8B es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, del lado del paciente de un quinto guante quirúrgico recubierto con otra realización de un recubrimiento de emulsión como se desvela en el presente documento y se aplica con un agente de reticulación y con imprimación ácida.

15 La Fig. 9A es un gráfico del guante de datos de ángulo de contacto para el guante de la Fig. 8A.

La Fig. 9B es un gráfico del guante de datos de ángulo de contacto para el guante de la Fig. 8B.

La Fig. 10A es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, del lado de colocación (es decir, el lado que se pondría en contacto con la piel de un usuario cuando se usa) del guante de la Fig. 8B con cloro alto y usando un proceso para dar la vuelta a guantes.

20 La Fig. 10B es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, del lado de colocación del guante de la Fig. 8A con cloro alto y usando un proceso para dar la vuelta a guantes.

La Fig. 11A es un gráfico del guante de datos de ángulo de contacto para el guante de la Fig. 10A.

La Fig. 11B es un gráfico del guante de datos de ángulo de contacto para el guante de la Fig. 10B.

25 La Fig. 12A es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, del lado del paciente de un sexto guante recubierto con otra realización de un recubrimiento de emulsión como se desvela en el presente documento y se aplica con un agente de reticulación y sin imprimación ácida.

La Fig. 12B es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, del lado del paciente de un séptimo guante recubierto con un recubrimiento de emulsión como se desvela en el presente documento y se aplica con un agente de reticulación y con imprimación ácida.

30 La Fig. 12C es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, del lado de colocación del guante de la Fig. 12A recubierto sin imprimación ácida.

La Fig. 13A es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, del lado del paciente del octavo guante recubierto con un recubrimiento de emulsión como se desvela en el presente documento y se aplica con un agente de reticulación y sin imprimación ácida.

35 La Fig. 13B es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, del lado del paciente de un guante de la Fig. 13A recubierto con un recubrimiento de emulsión como se desvela en el presente documento y se aplica con un agente de reticulación y sin imprimación ácida.

La Fig. 14 es una imagen de microscopio electrónico de barrido, con un aumento de 1000 veces, del lado del paciente de un guante recubierto con un recubrimiento comparativo a base de disolvente y aplicado con un agente de reticulación y sin imprimación ácida.

40 La Fig. 15A es una imagen de microscopio electrónico de barrido de un lado del paciente de una película recubierta con un recubrimiento de emulsión como se desvela en el presente documento y se aplica con un agente de reticulación.

45 La Fig. 15B es una imagen de microscopio electrónico de barrido de un lado del paciente de una película recubierta con un recubrimiento de emulsión como se desvela en el presente documento y se aplica con un agente de reticulación.

La Fig. 15C es una imagen de microscopio electrónico de barrido de un lado del paciente de una película recubierta con un recubrimiento comparativo a base de disolvente y aplicada sin un agente de reticulación.

50 El uso repetido de caracteres de referencia en la presente memoria descriptiva y los dibujos tiene por objeto representar características o elementos iguales o análogos.

Descripción detallada

55 Ahora se hará referencia en detalle a realizaciones actualmente preferidas, uno o más de cuyos ejemplos se ilustran en los dibujos adjuntos. Cada ejemplo se proporciona a modo de explicación de la emulsión de copolímero y los métodos de fabricación y uso, no de limitación de los mismos. De hecho, será evidente para los expertos en la materia que pueden realizarse modificaciones y variaciones sin apartarse del alcance o del espíritu de los mismos. Por ejemplo, las características ilustradas o descritas como parte de una realización pueden usarse en otra

60 realización para producir una realización adicional más. Por tanto, se pretende que la divulgación del presente documento cubra las modificaciones y variaciones que estén dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas y sus equivalentes.

65 Las emulsiones de polímero proporcionadas en el presente documento son copolímeros de emulsión acrílicos que son el producto de reacción de una mezcla de monómeros. Como se usa en el presente documento, el término "monómero" tiene por objeto en un sentido amplio abarcar monómeros y oligómeros como se usarían en la

construcción de un copolímero deseado. Las emulsiones de polímero se preparan mediante copolimerización de al menos un monómero hidrófilo hidrosoluble junto con al menos un monómero hidrófobo no hidrosoluble. Como se usan en el presente documento, los porcentajes de monómeros se basan en el porcentaje en peso de los pesos de monómeros (solubles e insolubles) totales.

5 Las emulsiones pueden prepararse mediante la copolimerización de una mezcla de monómeros hidrosolubles, que se denomina "alimentación de monómeros" y una mezcla de monómeros no hidrosolubles, que se denomina "alimentación de preemulsión". Como se describe en detalle en el presente documento, estas alimentaciones pueden combinarse, opcionalmente con otros componentes tales como tensioactivos y estabilizadores, para crear una emulsión polimérica.

10 La alimentación de monómeros utilizada para formar una emulsión puede incluir metacrilato de 2-hidroxietilo, acrilato de 4-hidroxibutilo, acrilato de 2-hidroxibutilo o mezclas de los mismos. Estos monómeros particulares son monómeros hidrosolubles que forman polímeros no hidrosolubles. El metacrilato de 2-hidroxietilo puede obtenerse de Mitsubishi Rayon, de Tokio, Japón, y, en algunas realizaciones, el metacrilato de 2-hidroxietilo puede tener una pureza del 97 % o más. En algunas realizaciones, puede prepararse una emulsión mediante la copolimerización de monómeros que incluyen al menos un 40 % de monómeros hidrosolubles. En otras realizaciones, una emulsión puede prepararse mediante la copolimerización de monómeros que incluyen al menos un 50 % de monómeros hidrosolubles. En algunas realizaciones, puede usarse del 50 % al 90 % de monómeros hidrosolubles, incluyendo cada valor intermitente en los mismos, incluyendo el 75 %. En algunas realizaciones, puede usarse del 60 % al 80 % de monómeros hidrosolubles y en otras realizaciones puede usarse del 72 % al 80 % de monómeros hidrosolubles. En otras realizaciones adicionales, puede usarse del 30 % al 90 % de monómeros hidrosolubles. Se proporcionan realizaciones específicas de ejemplo en los ejemplos a continuación. La alimentación de monómeros también puede incluir agua desionizada.

25 En otras realizaciones adicionales, la alimentación de monómeros puede incluir otros monómeros hidrosolubles, incluyendo, sin limitación, monómeros de (met)acrilato de amina cuaternaria, otros monómeros de (met)acrilato de hidroxialquilo, monómeros de N-vinil lactama, monómeros de ácido carboxílico etilénicamente insaturados y mezclas de los mismos. En algunas realizaciones, pueden añadirse monómeros hidrosolubles adicionales que dan como resultado polímeros hidrosolubles a la alimentación de monómeros para transmitir flexibilidad, polaridad, reticulación, solubilidad, adhesión u otras propiedades deseadas. En algunas realizaciones, dichos monómeros hidrosolubles pueden incluir acrilato de 2-hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo, metacrilato de hidroxipropilo (que tiene una solubilidad en agua limitada), ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, N-vinil pirrolidona, N-vinil caprolactama, 1-vinil-2-piperidona, 1-vinil-5-metil-2-pirrolidona, acrilamida, metacrilamida, N-isobutoximetil acrilamida. Los monómeros de (met)acrilato etoxilados con un promedio de 10 unidades de óxido de etileno, tales como el metacrilato de hidroxietilo etoxilado, están disponibles en Nippon Nyukazai Co., Ltd. de Chuo-ku, Tokio con la designación de producto MA-100A. Los (met)acrilatos de amina cuaternaria, tales como cloruro de metilo de acrilato de dimetilaminoetilo cuaternario, están disponibles en CPS Chemical Co. de Old Bridge, NJ con la designación de producto Agelfex FA1Q80MC. A modo de ejemplo, estos otros monómeros pueden estar presentes en la alimentación de monómeros en algunas realizaciones en hasta el 25 % en peso de los monómeros hidrosolubles en la alimentación de monómeros. En algunas otras realizaciones, estos otros monómeros pueden estar presentes en cantidades de hasta el 25 % en peso de toda la emulsión (incluyendo la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión).

45 Una alimentación de preemulsión puede incluir al menos un monómero no hidrosoluble. A modo de ejemplo y sin limitación, los monómeros no hidrosolubles que pueden usarse en la alimentación de preemulsión incluyen acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de propilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de butilo, metacrilato de metilo, metacrilato de laurilo, metacrilato de estearilo, metacrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de trifluoroetilo, acrilato de isooctilo, acrilato de isodecilo, acrilato de isobornilo, metacrilato de dimetilaminoetilo, estireno, ésteres vinílicos (tales como acetato de vinilo, butirato de vinilo, propionato de vinilo, isobutirato de vinilo, valerato de vinilo y versitato de vinilo), diésteres de ácido dicarboxílico (tales como maleato de di-2-etilhexilo, maleato de di-octilo, fumarato de di-etilhexilo, fumarato de di-etilo y fumarato de dibutilo), acrilato de isobornilo, acrilato de ciclohexilo y monómeros similares. A modo de ejemplo, un monómero no hidrosoluble que puede usarse en realizaciones, a saber, ácido 2-metacrilatoiloxietilfáltico, está disponible en Mitsubishi Rayon Co., Ltd. con la designación de producto Acryester PA. En algunas realizaciones, puede prepararse una emulsión mediante la copolimerización de monómeros que incluyen al menos del 10 % al 50 % de monómeros no hidrosolubles. En otras realizaciones, puede prepararse una emulsión mediante la copolimerización de monómeros que incluyan al menos del 10 % al 60 % o el 70 % de monómeros no hidrosolubles.

60 Además, la alimentación de preemulsión puede incluir más de un monómero no hidrosoluble, tales como mezclas de los monómeros insolubles anteriores. Por ejemplo, en una realización, tanto el acrilato de 2-etilhexilo como el metacrilato de metilo pueden incluirse en la alimentación de preemulsión a aproximadamente el 11 % cada uno. En otras realizaciones, estas cantidades pueden variar.

65 En algunas realizaciones, la alimentación de preemulsión también puede incluir ácido metacrílico como monómero, en la que el ácido metacrílico es un monómero hidrosoluble. En algunas realizaciones, pueden añadirse monómeros

hidrosolubles a la alimentación de preemulsión, tales como acrilato de 2-hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo, metacrilato de hidroxipropilo (hidrosolubilidad limitada), ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, N-vinil-pirrolidona, N-vinil caprolactama, 1-vinil-2-piperidona, 1-vinil-5-metil-2-pirrolidona, acrilamida, metacrilamida, N-isobutoximetil acrilamida. Como se ha indicado anteriormente, puede obtenerse (met)acrilato etoxilado con un promedio de 10 unidades de óxido de etileno, tal como metacrilato de hidroxietilo etoxilado, de Nippon Nyukazai Co., Ltd. de Chuo-ku, Tokio con la designación de producto MA-100A. Además, los (met)acrilatos de amina cuaternaria, tales como cloruro de metilo de acrilato de dimetilaminoetil cuaternario, están disponibles en CPS Chemical Co. de Old Bridge, New Jersey, con la designación de producto Agelfex FA1Q80MC.

Aunque la cantidad de ácido metacrílico, u otros monómeros hidrosolubles, puede variar para cada emulsión y cada aplicación, las cantidades de ejemplo (basadas en el porcentaje en peso de los pesos de monómeros (solubles e insolubles) totales) pueden incluir del 0 % al 25 %, incluyendo cada intervalo entre los mismos, y en otras realizaciones, la cantidad puede ser del 0 % al 15 %, incluyendo cada intervalo entre los mismos. En algunas realizaciones, la presente cantidad puede ser del 0 % al 10 % o del 1 % al 10 %, incluyendo cada intervalo entre los mismos. En otras realizaciones, la presente cantidad puede ser del 1 al 5 %, incluyendo cada valor intermitente.

La alimentación de preemulsión también puede incluir un agente de reticulación interno, que puede aumentar el contenido de gel del polímero resultante. En algunas realizaciones, el agente de reticulación interno puede incluir al menos un monómero de acrilato multifuncional. Dicho monómero de acrilato multifuncional puede incluir, a modo de ejemplo, diacrilato de polietilenglicol, diacrilato de hexanodiol, triacrilato de trimetilolpropano, triacrilato de pentaeritritol y diacrilato de propilenglicol. El agente de reticulación interno puede añadirse de 0,1 a 1,0 partes en peso de la alimentación de preemulsión.

A modo de ejemplo, pueden prepararse emulsiones mediante la combinación de una alimentación de monómeros y una alimentación de preemulsión en un reactor. En algunas realizaciones, puede emplearse una polimerización secuencial en la que la primera mezcla de monómeros puede añadirse a un reactor y al menos reaccionar parcialmente y después la segunda mezcla de monómeros se introduce y reacciona lentamente. En algunas realizaciones, la polimerización secuencial puede dar como resultado un polímero que tenga un núcleo hecho de la primera alimentación de monómeros y una cubierta hecha de alimentaciones de monómeros posteriores. Pueden encontrarse ejemplos y una divulgación adicional de la polimerización secuencial en las Patentes de los EE.UU. N.º 6.706.836 (incluyendo los ejemplos 26 y 27), 6.465.591 y 6.828.399 y la solicitud de Patente Publicada de los EE.UU. N.º 2003/0144446.

En otras realizaciones, pueden usarse alimentaciones simultáneas en las que una primera mezcla de monómeros y una segunda mezcla de monómeros se introducen simultáneamente en un reactor y se hacen reaccionar. En algunas realizaciones que emplean una alimentación simultánea, pueden proporcionarse inicialmente una porción de una primera mezcla de monómeros y una porción de una segunda mezcla de monómeros en el reactor. Sin embargo, cuando dicho material de partida es idéntico a las alimentaciones de monómeros que se introducen posteriormente y simultáneamente en el reactor, no se cree que la emulsión polimérica resultante tenga un núcleo y una cubierta, sino que tiene una formulación uniforme. Los ejemplos proporcionados en el presente documento proporcionan parámetros que pueden usarse en determinadas realizaciones que usan alimentaciones simultáneas. Aunque los procesos anteriores se han descrito usando solo dos mezclas de monómeros, un experto en la materia apreciará fácilmente que pueden usarse mezclas y alimentaciones adicionales en algunas realizaciones.

También puede añadirse un iniciador, tal como un iniciador disociativo, un iniciador redox o un iniciador soluble en aceite durante el proceso. A modo de ejemplo, dichos iniciadores pueden incluir, pero no se limitan a, persulfatos tales como persulfato de amonio, persulfato de potasio y persulfato de sodio, peróxido de hidrógeno, hidroperóxido de terc-butilo y compuestos azoicos tales como 4,4'-azobis(ácido 4-cianoaléico). Los iniciadores redox incluyen, pero no se limitan a, persulfatos con bisulfato, tales como persulfato de sodio con metabisulfito de sodio, peróxido de hidrógeno con ion ferroso, ion de sulfito, ion de bisulfito o ácido ascórbico, e hidroperóxidos con sulfoxilatos, tales como hidroperóxido de terc-butilo con formaldehído sulfoxilato de sodio. A modo de ejemplo, dichos iniciadores solubles en aceite pueden incluir, pero sin limitación, 2,2'-azobis(isobutironitrilo), 2,2'-azobis(2-metilbutironitrilo), peróxido de benzoílo y peróxido de laurilo. Basándose en la divulgación del presente documento, los expertos en la materia conocen otros iniciadores que serían adecuados para su uso en el presente documento.

En la preparación de una emulsión polimérica, también puede usarse un tensioactivo en el método que se desvela en el presente documento. En algunas realizaciones, el tensioactivo puede ser lauril éter sulfato de sodio, tal como Disponil FES 77 (32 %) disponible de Cognis (una parte del Grupo BASF), de Cincinnati, OH. El tensioactivo puede incluirse en una mezcla de carga inicial como se indica en los ejemplos del presente documento. En algunas realizaciones, el tensioactivo puede añadirse en una cantidad del 0,5 % al 5 % basada en el peso seco del tensioactivo con respecto al peso de los monómeros. En otras realizaciones, el tensioactivo puede añadirse en una cantidad del 0,1 % al 10 % basada en el peso seco de tensioactivo con respecto al peso de los monómeros. En otras realizaciones más, la presente cantidad de tensioactivo puede ser del 0,2 % al 5 % y en otras realizaciones la cantidad de tensioactivo puede ser del 0,5 % al 2 %. Basándose en la divulgación del presente documento, los expertos en la materia conocen otros tensioactivos que serían adecuados para su uso en el presente documento.

A modo de ejemplo adicional y sin limitación, otros tensioactivos aniónicos que pueden ser adecuados para su uso en realizaciones desveladas en el presente documento incluyen dioctilsulfosuccinato de sodio, sulfatos de laurilo, sulfatos de octilo, sulfatos de 2-etilhexilo, óxido de lauramina, sulfatos de decilo, sulfatos de tridecilo, cocoatos, sarcosinatos de laurilo, sulfosuccinatos de laurilo, disulfonatos de óxido de C₁₀difenilo lineal, sulfosuccinatos de laurilo, sulfatos de lauril éter (1 y 2 moles de óxido de etileno), sulfatos de miristilo, oleatos, estearatos, talatos, ricinoleatos, sulfatos de cetilo.

En algunas realizaciones, pueden usarse tensioactivos no iónicos junto con tensioactivos aniónicos. A modo de ejemplo y sin limitación, los tensioactivos no iónicos que pueden usarse en las realizaciones desveladas en el presente documento incluyen, metilglucet-10, diestearato de PEG-20 metil glucosa, sesquiestearato de PEG-20 metil glucosa, pareth-20 C₁₁₋₁₅, ceteth-12, dodoxinol-12, laureth-15, aceite de ricino PEG-20, polisorbato 20, esteareth-20, polioxietileno-10 cetil éter, polioxietileno-10 estearil éter, polioxietileno-20 cetil éter, polioxietileno-10 oleil éter, polioxietileno-20 oleil éter, octilfenol etoxilado, octilfenol etoxilado, dodecilfenol etoxilado o alcohol (C₆-C₂₂) graso etoxilado, incluyendo de 3 a 20 restos de óxido de etileno, polioxietileno-20 isohexadecil éter, laurato de polioxietileno-23 glicerol, estearato de polioxietileno-20 glicerilo, PPG-10 metil glucosa éter, PPG-20 metil glucosa éter, monoésteres de polioxietileno-20 sorbitano, polioxietileno-80 aceite de ricino, polioxietileno-15 tridecil éter, polioxietileno-6 tridecil éter, laureth-2, laureth-3, laureth-4, PEG-3 aceite de ricino, dioleato de PEG 600, dioleato de PEG 400, oxietanol, 2,6,8-trimetil-4-noniloxi-polietileno, oxietanol:octilfenoxipolietoxi etanol, nonilfenoxipolietoxi etanol y 2,6,8-trimetil-4-noniloxipolietileno alquilenoxipolietileno oxietanol.

Además, también puede usarse un estabilizador en el proceso para formar una emulsión. En algunas realizaciones, un estabilizador adecuado incluye alcohol polivinílico, tal como la calidad BP-04 (15 %) de Chang Chun Pertochemical Co., Ltd. de Taipei, Taiwán o Mowiol 4-88 de Kuraray America, Inc. de Houston, TX. En algunas realizaciones, pueden usarse estabilizadores Elvanol 51-03 de Dupont Chemical de Wilmington, Delaware y/o Selvol 203 de Sekisui Specialty Chemical Co., Ltd. de Osaka, Japón. El estabilizador puede incluirse en una mezcla de carga inicial y/o una mezcla de preemulsión. En algunas realizaciones, puede añadirse un estabilizador en una cantidad del 1 % al 10 % basada en el peso seco del estabilizador con respecto al peso de los monómeros. Basándose en la divulgación del presente documento, los expertos en la materia conocen otros estabilizadores que serían adecuados para su uso en el presente documento.

Finalmente, puede usarse opcionalmente un agente de reticulación en la preparación de emulsiones. En algunas realizaciones, puede añadirse un agente de reticulación al copolímero en una cantidad del 0 al 15 %, incluyendo cada valor intermitente en el mismo, basada en el peso seco del agente de reticulación con respecto al peso seco del copolímero. En algunas realizaciones, puede añadirse un agente de reticulación en una cantidad del 0 al 10 % basada en el peso seco del copolímero. En otras realizaciones, el 1, el 2, el 3, el 4, el 5, el 6, el 7, el 8, el 9 o el 10 % basado en el peso seco del copolímero. Los agentes de reticulación adecuados incluyen, pero no se limitan a, formaldehídos, formaldehídos de melamina, sales metálicas, aziridinas, isocianatos, dicromatos y agentes de reticulación similares. Los agentes de reticulación adicionales pueden incluir aziridina polifuncional, resina de tipo poliamida-epiclorhidrina o compuestos de carbodiimida. Las sales metálicas de ejemplo que pueden usarse como agentes de reticulación en algunas realizaciones incluyen, sin limitación, carbonato de zirconio amonio, carbonato de zinc amonio, acetato de aluminio, acetato de calcio, acetato de cromo, acetato de cinc, acetato de zirconio. En otras realizaciones, no se usa ningún agente de reticulación para preparar una emulsión. A menos que se indique lo contrario en el presente documento, los porcentajes utilizados para hacer referencia a los agentes de reticulación indican el peso seco del agente de reticulación con respecto al peso seco del copolímero. En algunas realizaciones, el agente de reticulación comprende formaldehído de melamina o mezclas que comprenden formaldehído de melamina. En algunas realizaciones, el agente de reticulación puede estar presente en una cantidad en porcentaje en peso preferentemente del 1 % al 10 %, más preferentemente del 2 % al 5 % y mucho más preferentemente del 3 % al 4 %.

Como se ha indicado anteriormente, las emulsiones pueden prepararse mediante la copolimerización del monómero o monómeros hidrosolubles en la alimentación de monómeros y el monómero o monómeros no hidrosolubles en la alimentación de preemulsión. En una realización de ejemplo, el proceso de preparación puede realizarse introduciendo también una carga inicial (también denominada "carga del reactor"), una alimentación de catalizador, una alimentación de activador y una alimentación posterior a la adición en el reactor durante el proceso de fabricación.

Un proceso de ejemplo para preparar emulsiones puede comenzar introduciendo una carga inicial en un reactor. En algunas realizaciones, la carga inicial puede incluir agua desionizada y uno o más tensioactivos. Los tensioactivos pueden seleccionarse para mejorar la miscibilidad de los monómeros o grupos de monómeros que se copolimerizarán. En algunas realizaciones, puede usarse lauril éter sulfato de sodio como tensioactivo en la carga inicial.

La carga inicial también puede incluir un estabilizador, tal como alcohol polivinílico, un tensioactivo, tal como lauril éter sulfato de sodio, un iniciador, tal como hidropéroxido de butilo terciario, un activador, tal como hidroximetanosulfonato de sodio (disponible con el nombre Bruggolite E01 de Bruggemannann). Chemical of Newton

Square, Pensilvania) y un eliminador de oxígeno, tal como etilendiaminotetraacetato de hierro y sodio ("NaFe EDTA") (disponible en Supreme Resources, Inc. de Suwanee, Georgia). Esta carga inicial puede añadirse a un reactor y la agitación puede iniciarse a una velocidad apropiada, tal como a 80 revoluciones por minuto, para comenzar el proceso de preparación. El contenido del reactor también puede calentarse a una temperatura en el intervalo de 50 °C a 60 °C. En algunas realizaciones, el contenido del reactor puede calentarse en el intervalo de 53 °C a 55 °C. En otras realizaciones, el reactor el contenido puede calentarse a 55 °C.

Después de calentar el contenido del reactor a la temperatura deseada, pueden añadirse una porción de la alimentación de monómeros y una porción de la alimentación de preemulsión al reactor. En algunas realizaciones, la relación de alimentación de monómeros con respecto a la alimentación de preemulsión añadida al reactor en la presente etapa puede estar entre 2,5:1 y 3,5:1 y, en algunas realizaciones, la relación puede ser de 3:1. Además, puede añadirse una cantidad inicial de alimentación que sea de aproximadamente el 5-7 % del porcentaje en peso de cada una de entre la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión.

Tras la adición de estas mezclas de monómeros iniciales al reactor, puede iniciarse la adición de la alimentación del activador al reactor. La alimentación del activador puede incluir hidroxilmetanosulfonato de sodio, tal como Bruggolite E01 disponible en Bruggemann Chemical de Newton Square, PA. En algunas realizaciones, la alimentación del activador puede suministrarse a una velocidad constante de manera que el contenido se agotará simultáneamente al mismo tiempo, o después, de que las alimentaciones de monómeros y de preemulsión iniciadas posteriormente se agoten. En algunas realizaciones, la alimentación de activador puede agotarse en aproximadamente treinta minutos después de que se hayan agotado la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión, tal como veinte minutos después.

Después de iniciar la alimentación del activador, la agitación del contenido del reactor puede continuarse sin añadir contenido adicional durante un corto período de tiempo, tal como, por ejemplo, diez minutos. Después, después de un lapso adecuado, la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión pueden introducirse en el reactor. Estas alimentaciones pueden añadirse a velocidades de adición respectivas de manera que sus contenidos se añadan completamente al reactor al final de un tiempo predeterminado. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el contenido de estas alimentaciones puede añadirse constantemente en el transcurso de aproximadamente 4,5 horas. Como se ha indicado anteriormente, la alimentación de activador también se alimenta a una velocidad para que se agoten al mismo tiempo que se agotan las alimentaciones de monómeros y preemulsión.

Después de que los contenidos de la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión se hayan añadido completamente al reactor, el reactor puede mantenerse a la temperatura deseada analizada anteriormente. El ambiente del reactor puede mantenerse durante aproximadamente 30 minutos y después puede añadirse una alimentación posterior a la adición al reactor. La alimentación posterior a la adición puede incluir un iniciador, tal como hidroperóxido de butilo terciario o un biocida, tal como Acticida GA, disponible en Thor Specialties, Inc. de Trumbull, CT (que es una mezcla acuosa de isotiazolinonas cloradas y no cloradas y 2-bromo-2-nitro-1,3-propanodiol). Después de que se haya introducido la alimentación posterior a la adición, el ambiente de reacción puede mantenerse durante aproximadamente una hora.

A modo de ejemplo y sin pretender limitar el alcance, puede formarse un ejemplo de una emulsión usando los componentes expuestos en la Tabla 1 mediante la realización de las siguientes etapas, que en algunas realizaciones pueden realizarse en el orden indicado:

1. añadir la carga inicial al reactor y ajustar la agitación a 80 RPM;
 2. calentar y mantener el contenido del reactor a 55 °C;
 3. preparar las alimentaciones de monómeros, catalizador y activador;
 4. añadir el siguiente contenido al reactor cuando el contenido del reactor existente alcance 55 °C:
- Alimentación de monómeros: 6,2 kg
Alimentación de preemulsión: 2,1 kg;
5. iniciar la alimentación de activador (t = 0);
 6. después de 10 minutos (t = 10), comenzar a introducir las alimentaciones de preemulsión, monómeros y catalizador durante 270 minutos;
 7. mantener el contenido del reactor a 55 °C;
 8. después de que se haya agotado el suministro de preemulsión de la alimentación, lavar abundantemente el tanque y los conductos con agua desionizada de aclarado;
 9. después de que la alimentación del activador se haya añadido completamente (~t = 300); mantener el medio ambiente con agitación durante 30 minutos; y
 10. después del período de 30 minutos anteriormente mencionado (~t = 330), añadir la alimentación posterior a la adición y mantener el contenido del reactor a aproximadamente 55 °C durante 1 hora (hasta ~t = 390).

Tabla 1

Tamaño de lote			600 lb (272,15 kg)
Carga inicial	Partes	% total	Lote
Alcohol polivinílico BP-04 (15 %)	8,12	0,0203	12,2 (5,53 kg)
Disponil FES 77 (32 %]	0,08	0,0002	0,12 (0,05 kg)
NaFe EDTA	0,01	0,0000	0,01 (0,004 kg)
Hidroperóxido de t-butilo	0,10	0,0002	0,14 (0,06 kg)
Agua DI	56,16	0,1402	84,1 (38,14 kg)
Carga total del reactor	64,46		96,55 (43,79 kg)
Alimentación de monómeros			
Agua DI	140,09	0,3497	209,8 (95,16 kg)
Metacrilato de 2-hidroxietilo	75,00	0,1872	112,3 (50,93 kg)
Alimentación total	215,09		322,2 (146,14 kg)
Preemulsión (Tanque inicial)			
Agua DI	7,92	0,0198	11,9 (5,39 kg)
Disponil FES77 (32 %)	3,56	0,0089	5,3 (2,40 kg)
Alcohol polivinílico (BP-04 (15 %))	8,12	0,0203	12,2 (5,53 kg)
Acrilato de 2-etilhexilo	11,00	0,0275	16,5 (7,48 kg)
Metacrilato de metilo	11,00	0,0275	16,5 (7,48 kg)
Ácido metacrílico	3,00	0,0075	4,5 (2,04 kg)
Hidróxido de amonio (19 %)	2,25	0,0056	3,37 (1,52 kg)
Preemulsión total	46,84		70,2 (31,84 kg)
Alimentación de catalizador			
Agua DI	16,28	0,0406	24,4 (11,06 kg)
Hidroperóxido de t-butilo	0,38	0,0009	0,57 (0,26 kg)
Catalizador Total	16,66		25,0 (11,34 kg)
Alimentación de activador			
Agua DI	14,05	0,0351	21,0 (9,52 kg)
Bruggolite E01	0,28	0,0007	0,42 (0,19 kg)
Activador Total	14,32		21,5 (9,75 kg)
Alimentación posterior a la adición			
Hidroperóxido de t-butilo	0,20	0,0005	0,30 (0,14 kg)
Biocida (Acticida GA)	0,11	0,0003	0,17 (0,08 kg)
Agua DI	1,98	0,0049	2,97 (1,35 kg)
Agua de aclarado			
Agua DI	4,21	0,0105	6,3 (2,86 kg)
Dilución			
Agua DI	36,69	0,0916	55,0 (24,95 kg)
Total	400,56	1,000	600,0 (272,15 kg)

Basándose en los procedimientos anteriores usando los componentes en la Tabla 1, la información de velocidad de alimentación puede resumirse como se indica a continuación:

5

Monómero	Velocidad 1	Velocidad 2
Peso (lb)	13,7 (6,21 kg)	308,5 (139,93 kg)
Tiempo (min)		270
Velocidad (lb/min)		1,14 (0,52 kg/min)

Preemulsión	Velocidad 1	Velocidad 2
Peso (lb)	4,7 (2,13 kg)	65,5 (29,71 kg)
Tiempo (min)		270
Velocidad (lb/min)		7min
		0,24 (0,11 kg/min)

Catalizador	Velocidad 1
Peso (lb)	25,0 (11,34 kg)
Tiempo (min)	270
Velocidad	
(lb/min)	0,09 (0,04 kg/min)

Activador	Velocidad1
Peso (lb)	21,5 (9,75 kg)
Tiempo (min)	300
Velocidad	
(lb/min)	0,07 (0,03 kg/min)

5 A modo de segundo ejemplo También se preparó una emulsión realizando las siguientes etapas usando los componentes expuestos en la Tabla 2 a continuación:

- 10 1. añadir la carga del reactor al reactor; agitar y calentar el contenido del reactor a 53-55 °C con un baño a 55 °C;
2. añadir 35,2 g de alimentación de monómeros y 11,1 g de alimentación de preemulsión al reactor;
3. iniciar la alimentación del activador a una velocidad para que se agote en 300 minutos, es decir, a 0,17 g/min (51,0 g);
4. mantener el sistema durante 10 minutos y después iniciar la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión para que se agote en 270 minutos, es decir, a 1,90 g/min (512,8 g) y 0,57 g/min (154,7 g), respectivamente;
- 15 5. mantener el ambiente de reacción en el sistema durante 30 minutos;
6. añadir la alimentación posterior a la adición después de que el contenido de la alimentación del activador se haya añadido completamente; y
7. mantener el ambiente de reacción durante aproximadamente 1 hora y después enfriar.

Tabla 2

Reactor de carga	P (gramos)
Mowiol 4-88 (15 %)	28,9
Disponil FES 77 (32 %)	0,28
Nafe EDTA	0,02
TBHP70	0,28
Agua DI	197,3
Carga total del reactor	226,8
Alimentación de monómeros n.º 1	
Agua DI	279,6
Metacrilato de 2-hidroxietilo	267,0
TBHP 70	1,41
Alimentación total de monómeros	548,0
Alimentación de preemulsión n.º 2	
Agua DI	28,2
Disponil FES 77 (32 %)	12,7
Mowiol 4/88 (15 %)	28,9
NH ₃ (30 %)	7,0
Acrilato de 2-etihexilo	78,3
Ácido metacrílico	10,7
Alimentación en emulsión total	165,8

20

(continuación)

Alimentación de activador n.º 3	
Agua DI	50,0
Buggolite E01	0,99
Alimentación de activador total	51,0
Alimentación posterior a la adición	
TBHP70	0,71
Acticida GA	0,40
Agua DI	7,05
Dilución	
Agua DI	425,00
Total	1424,8

Según lo evidenciado por la divulgación y los ejemplos anteriores, pueden proporcionarse emulsiones acuosas preparadas con cantidades totales de monómeros que incluyen más del 50 % de monómeros hidrosolubles y al menos un 10 % de monómeros no hidrosolubles. En algunas realizaciones, los monómeros hidrosolubles pueden representar entre el 50 % y el 90 % del total de monómeros utilizados en el proceso, incluyendo cada valor intermitente entre los mismos. En otras realizaciones, los monómeros hidrosolubles pueden representar el 75 % del contenido total de monómeros. Además, la emulsión puede formarse usando monómeros no hidrosolubles al 10 % o más. En algunas realizaciones, uno o más monómeros hidrosolubles pueden representar del 10 % al 50 %, incluyendo cada valor intermitente, del total de monómeros utilizados en el proceso. En algunas realizaciones, pueden usarse múltiples monómeros solubles y/o insolubles diferentes como parte del contenido de monómero. En realizaciones en las que las emulsiones se usan como recubrimientos, el o los monómeros hidrosolubles pueden transmitir una naturaleza de hidrogel al recubrimiento, que puede proporcionar características de colocación deseables y el o los monómeros insolubles en agua puede proporcionar otras propiedades y características de rendimiento deseables al recubrimiento. Por tanto, las proporciones de monómeros hidrosolubles y no hidrosolubles pueden variarse para dar como resultado las características deseadas para una aplicación particular.

Se realizaron ensayos en muestras de recubrimientos de copolímeros hidrosolubles, recubrimientos de copolímeros a base de disolventes y recubrimientos de emulsión de copolímeros, en los que las emulsiones de polímeros se prepararon de acuerdo con los procedimientos que se desvelan en el presente documento. Las muestras se prepararon usando las relaciones monoméricas indicadas. Las muestras de emulsión se prepararon usando los procedimientos expuestos anteriormente para los componentes de la Tabla 2 excepto porque se modifican por los componentes para cada muestra se identifican a continuación.

25

Tabla 3

Referencia de muestra	Base de polímero	HEMA/EHA/MAA
1	Agua	60/30 (HBA)/10
2	Agua	60/30 (HBA)/10
3	Agua	90/0/10
4	Agua	90/0/10
5	Agua	97/0/3
6 (90 % de muestra 3- 10 % de muestra 2)	Agua	87/3 (HBA)/10
7 (90 % de muestra 3- 10 % de muestra 2)	Agua	87/3 (HBA)/10
8	Disolvente	68/23/9
9	Disolvente	93/5/2
10	Disolvente	95/5/0
11	Disolvente	75/25/0
12	Emulsión	75/22/3
13	Emulsión	75/22/3
14	Emulsión	75/22/3

(continuación)

Referencia de muestra	Base de polímero	HEMA/EHA/MAA
15	Emulsión	75/22 (EHMA)/3
16	Emulsión	75/22 (EHMA)/3
17	Emulsión	75/22 (LM)/3
18	Emulsión	75/22 (LM)/3, con sílice
19	Emulsión	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/11/11/3)
20	Emulsión	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/14/8/3)
21	Emulsión	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/17/6/3)
22	Emulsión	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/19/3/3)
23	Emulsión	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75:11,8:11,8:1,5)
24	Emulsión	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/10,3/10,3/4,5)
25	Emulsión	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/9,5/9,5/6,0/6,0)

5 Como se usó anteriormente y en el presente documento, el término HEMA hace referencia al metacrilato de 2-hidroxietilo, EHA hace referencia al acrilato de 2-etil-hexilo, HBA representa acrilato de 4-hidroxibutilo, MAA hace referencia al ácido metacrílico, EHMA hace referencia al metacrilato de 2-etilhexilo, LM hace referencia al metacrilato de laurilo y MMA hace referencia al metacrilato de metilo. Además, los agentes de reticulación mencionados anteriormente son XC113 al 2 % (disponible en Shanghai Zealchen Co. Ltd. de Shanghai, China) que es una aziridina polifuncionalizada, Tyzor AA al 0,5 % (disponible en DuPont de Wilmington, Delaware), que es acetilacetato de titanio, Polycup 172 al 2 % (disponible en Ashland de Columbus, OH), que es una resina hidrosoluble de tipo poliamida-epiclorhidrina y Carbodilite E-02 al 2 % (disponible en Nissinbo Chemical Inc. de Chiba, Japón), que es un compuesto de carbodiimida. La cantidad de agente de reticulación se basa en el peso seco del agente de reticulación con respecto al peso seco del copolímero.

15 Las muestras comparativas evaluadas se prepararon de acuerdo con los siguientes procedimientos generales y usando los parámetros aproximados que se indican a continuación:

Tabla 4
Muestras 1 y 2

Carga del reactor	Gramos	Procedimientos
Agua desionizada	485,0	1. Añadir Carga del Reactor y calentar a aproximadamente 74-75 °C con una purga de N ₂ . Esperar aproximadamente 15 a 30 minutos.
Iniciador inicial		
Agua desionizada	15,0	2. Añadir Iniciador Inicial a la Carga del Reactor calentada.
Persulfato de sodio (BOM 1,0 %)	3,0	
Alimentación de monómeros		3. Después de diez minutos, comenzar la alimentación de monómeros a 3,33 g/min (3 horas).
Metacrilato de 2-hidroximetil	180,0	
Acrilato de 4-hidroxibutilo	90,0	4. Después de la alimentación de monómeros, esperar treinta minutos y después comenzar la Cocción n.º 1 a 0,84 g/min (1 hora).
Ácido metacrílico	30,0	
Agua desionizada	285,0	5. Después de aproximadamente treinta minutos después de comenzar la Cocción n.º 1, comenzar la Cocción n.º 2 a 0,84 g/min (1 hora).
Hidróxido de amonio	14,0	
Cocción n.º 1		6. Añadir agua de dilución según sea necesario.
Agua desionizada	50,0	
Persulfato de sodio	0,30	7. Después de que la Cocción n.º 2 se haya añadido completamente, esperar aproximadamente treinta minutos y después diluir al 4 % y comenzar a enfriar y descargar.
Cocción n.º 2		
Agua desionizada	50,0	

(continuación)

Muestras 1 y 2		
Carga del reactor	Gramos	Procedimientos
Metabisulfito de sodio	0,30	
Total	1202,6	

Tabla 5

Muestras 3 y 4		
Carga del reactor	Gramos	Procedimientos
Agua desionizada	727,5	1. Añadir Carga del Reactor y calentar a 74-75 °C con una purga de N ₂ . Esperar aproximadamente de 15 a 30 minutos.
Iniciador inicial		
Agua desionizada	22,5	2. Añadir el Iniciador Inicial a la Carga del Reactor calentada.
persulfato sódico (BOM 0,5 %)	2,25	
Alimentación de monómeros		3. Después de diez minutos, comenzar la alimentación de monómeros a 5,27 g/min (3 horas).
Metacrilato de 2-hidroximetilo	405	
Ácido metacrílico	45,0	4. Después de la alimentación de monómeros, esperar treinta minutos y después añadir la Cocción n.º 1.
Agua desionizada	477,5	
Hidróxido de amonio	21,0	5. Después de una hora, añadir Cocción n.º 2.
Cocción n.º 1		
Agua desionizada	50,0	6. Después de una hora, diluir al 4 % y comenzar a enfriar y descargar.
persulfato sódico	0,5	
Cocción n.º 2		
Agua desionizada	50,0	
Metabisulfito de sodio	0,5	
Total	1801,7	

Tabla 6

Muestra 5		
Carga del reactor	gramos	Procedimientos
Agua desionizada	565,0	1. Añadir Carga del Reactor y calentar a 74-75 °C con una purga de N ₂ . Esperar aproximadamente de 15 a 30 minutos.
Iniciador inicial		
Agua desionizada	15,0	2. Añadir Iniciador Inicial al reactor calentado.
Persulfato de sodio	3,0	
Alimentación de monómeros		3. Esperar diez minutos después de haber añadido Iniciador Inicial y después comenzar Alimentación de monómeros a 3,29 g/min (592 g) (3 h) y apagar N ₂ .
2-HEMA (Ésteres San)	291,0	
Ácido metacrílico	9,0	4. Después de añadir la alimentación de monómeros, esperar una hora y después añadir la Cocción n.º 1.
Agua desionizada	283,0	
Hidróxido de amonio (19 %)	12,0	5. Después de la Cocción n.º 1, esperar una hora y después añadir la Cocción n.º 2.
Cocción n.º 1		
Agua desionizada	10,00	6. Una hora después de añadir Cocción n.º 2, diluir al 4 % y comenzar a enfriar y descargar.
Persulfato de sodio	0,30	
Cocción n.º 2		
Agua desionizada	10,00	
Metabisulfito de sodio	.30	
Acticida GA	1,40	
Total	1200,0	

Tabla 7

Muestra 8		
Mezcla de monómeros	gramos	Procedimientos
Metacrilato de 2-hidroxietilo (Ésteres San)	204,0	1. Añadir la Carga del Reactor y calentar a 74-75 °C con una purga de N ₂ . (Para la muestra 8, la temperatura de reacción fluctuó de aproximadamente 70 °C a aproximadamente 76 °C, pero se mantuvo principalmente dentro
Acrilato de 2-etilhexilo	69,0	

ES 2 717 760 T3

Ácido metacrílico	27,0	del intervalo indicado de 74-75 °C). Esperar aproximadamente de 15 a 30 minutos.
Etanol	204,0	
Acetato de etilo	69,0	
Metanol	27,0	
Carga del reactor		2. Añadir Iniciador Inicial a la Carga del Reactor calentada. Retire el N ₂ después de la adición.
Mezcla de monómero de	150,0	
Iniciador inicial		3. Después de "iniciar", esperar diez minutos y comenzar la alimentación de monómeros a 3,33 g/min (599 g) (3 horas). Para la muestra 8, la alimentación de monómeros comenzó aproximadamente treinta minutos después de añadir el Iniciador Inicial.
Vazo 64 (BOM 0,1 %)	0,08	
Etanol	10,00	
Alimentación de monómeros		4. Comenzar la alimentación de disolvente según sea necesario: (2 horas) = 2,28 g/min (273 g). Para la muestra 8, la alimentación de disolvente comenzó aproximadamente 2,5 horas después de que la alimentación de monómeros comenzara y continuara durante aproximadamente 45 minutos y después se reinició después de aproximadamente 15 minutos.
Mezcla de monómeros	450,0	
Vazo 64 (BOM 0,1 %)	0,23	
Alimentación de disolvente		5. Después de la alimentación de monómeros, esperar aproximadamente 15-30 minutos y después comenzar la Alimentación de Cocción a 0,34 g/min (41 g). Esperar una hora, después diluir al 4 % y comenzar a enfriar y descargar.
Etanol	204	
Acetato de etilo	69	
Alimentación de cocción		6. Como se usa en el presente documento, "inicio" indica cuándo comienza la reacción o polimerización y se observa con un aumento en la temperatura de reacción o burbujas en el reactor cuando la reacción comienza a hervir o aumenta la viscosidad y el aire atrapado.
Vazo 64	1,0	
Etanol	40,00	
Dilución final		
Alcohol isopropílico	75,70	
Total	1000,0	
Nota: Vazo 64 es 2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo), disponible en DuPont de Wilmington, Delaware.		

Tabla 8

Muestra 9		
Mezcla de monómeros	Gramos	Procedimientos
Metacrilato de 2-hidroxietilo (ésteres San)	279,0	1. Añadir Carga de reactor y calentar a 74-75 °C, con una purga de N ₂ . Esperar aproximadamente de 15 a 30 minutos.
Acrilato de 2-etilhexilo	15,0	
Ácido metacrílico	6,0	
Metanol	231,0	
Acetato de etilo	69,0	
Carga del reactor		2. Añadir el Iniciador Inicial a la Carga del Reactor calentada.
Mezcla de monómeros	150,0	
Iniciador inicial		
Vazo 64 (BOM 0,1 %)	0,08	3. Después del inicio del burbujeo, esperar diez minutos y comenzar la alimentación de monómeros a 2,50 g/min (450,2 g) (3 horas). Para la muestra 9, la alimentación de monómeros comenzó aproximadamente treinta minutos después de que se añadiera el Iniciador Inicial.
Acetato de etilo	10,0	
Alimentación de monómeros		
Mezcla de monómeros	450,0	4. Comenzar alimentación de disolvente según sea necesario a 2,28 g/min (273 g) (2h). Para la muestra 9, la alimentación de disolvente comenzó aproximadamente 2,5 horas después de que la alimentación de monómeros comenzara y se ejecutó durante aproximadamente 1,5 horas y después se reinició después de aproximadamente 1,5 horas para añadir el resto de la alimentación de disolvente después de que se iniciara la Cocción.
Vazo 64 (BOM 0,1 %)	0,23	
Alimentación de disolvente		
Etanol	204	5. Después de la alimentación de monómeros, esperar 30 minutos (para la muestra 9, la espera fue de aproximadamente una hora) y después comenzar la Cocción a 0,34 g/min (41 g) (2 horas). Esperar una hora (aproximadamente 30 minutos para la muestra 9) después de añadir la alimentación de Cocción, diluir al 4 % y comenzar a enfriar y descargar.
Etilo Acetato	69	
Alimentación de cocción		
Vazo 64	1,0	
Acetato de etilo	20,0	
Etanol	20,0	
Dilución final		
Alcohol isopropílico	75,70	
Etanol	200,0	
Total	1200	

Tabla 9

Muestra 10		
Mezcla de monómeros	gramos	Procedimientos
Metacrilato de 2-hidroxietili	285,0	1. Añadir Carga del Reactor y calentar a 68-70 °C, con una purga de N ₂ . Esperar aproximadamente de 15 a 30 minutos.
Acrilato de 2-etilhexilo EHA	15,0	
Metanol	240,0	2. Añadir el Iniciador Inicial a la Carga del Reactor calentada.
Etanol	270,0	
Acetato de etilo	140,0	3. Después del inicio, esperar diez minutos y después comenzar la alimentación de monómeros (con N ₂) a 3,96 g/min (713,2 g) (3 horas).
Carga de reactor		
Mezcla de monómeros (monómero 75 g)	240,0	4. Después de añadir alimentación de monómeros, esperar 30 minutos y después comenzar la Cocción a 0,34 g/min (41 g) (2 horas).
Iniciador inicial		
Vazo 64 (BOM 0,1 %)	0,08	5. Mantener 1 hora después de que se añadiera la alimentación de Cocción, después diluir al 4 % y comenzar a enfriar y descargar.
Acetato de etilo	10,00	

(continuación)

Muestra 10		
Mezcla de monómeros	gramos	Procedimientos
Alimentación de monómeros		
Mezcla de monómeros	710,0	
Vazo 64 (BOM 0,1 %)	0,22	
Alimentación de cocción		
Vazo 64	1,0	
Acetato de etilo	20,0	
Etanol	20,0	
Total	1001,3	

Tabla 10

Muestra 11		
Mezcla de monómeros	gramos	Procedimientos
Metacrilato de 2-hidroxietilo	225,0	1. Añadir Carga del Reactor y calentar a 68-70 °C, con una purga de N ₂ . Esperar aproximadamente de 15 a 30 minutos. 2. Añadir el Iniciador Inicial a la Carga del Reactor calentada. 3. Después del inicio, esperar 10 minutos y después comentar la alimentación de monómeros (con N ₂) a 3,96 g/min (713,2 g) (3 horas). 4. Después de añadir alimentación de monómeros, esperar 30 minutos y después comenzar la Cocción a 0,34 g/min (41 g) (2 horas). 5. Diluir al 4 % y comenzar el enfriamiento y la descarga.
Acrilato 2-etilhexilo	75,0	
Metanol	240,0	
Etanol	270,0	
Acetato de etilo	140,0	
Carga del reactor		
Mezcla de monómeros (monómero 75 g)	240,0	
Iniciador inicial		
Vazo 64 (BOM 0,1 %)	0,08	
Acetato de etilo	10,00	
Alimentación de monómeros		
Mezcla de monómeros	710,0	
Vazo 64 (BOM 0,1 %)	0,22	
Alimentación de cocción		
Vazo 64	1,0	
Acetato de Etilo	20,0	
Etanol	20,0	
Total	1001,3	

Tabla 11

Muestras 12, 13 y 14

Carga del Reactor	gramos	Procedimientos
Mowiol 4/88 (15 %)	28,9	1. Añadir Carga del Reactor y calentar a 53-55 °C, con un baño de 55 °C. Esperar aproximadamente de 15 a 30 minutos.
Disponil FES 77 (32 %)	0,28	
Nafe EDTA	0,02	2. Añadir 35,2 g de alimentación de monómeros y 11,1 g de preemulsión. Esperar aproximadamente de 15 a 30 minutos.
TBHP 70	0,28	
Agua desionizada	197,3	3. Comenzar la alimentación del activador. A 0,17 g/min (51,0 g) (300 min).
Alimentación de monómeros		
Agua desionizada	279,6	4. Después de quince minutos, comenzar alimentación de monómeros y Preemulsión. Alimentación de monómeros a 1,90 g/min (512,89 g) (270 minutos) y preemulsión a 0,57 g/min (154,7 g) (270 minutos).
de HEMA	267,0	
TBHP 70	1,41	
Preemulsión		5. Esperar 30 minutos después de añadir la fuente de activación y, después añadir Después de la adición. Después, diluir al 4 % y comenzar a enfriar y descargar.
Agua DI	28,2	
Disponil FES 77 (32 %)	12,7	
Mowiol 4/88 (15 %)	28,9	
NH ₃ (30 %)	7,0	
etilhexilo Acrilato de	78,3	
Ácido metacrílico	10,7	
Alimentación de Activador		
Agua desionizada	50,0	
Buggolite E01	0,99	
Después de la adición		
TBHP 70	0,71	
Acticida GA	2 gotas	
Agua desionizada	7,05	
Agua desionizada	425	
Total	1425	

Tabla 12

Muestras 15 y 16		
Carga del reactor	gramos	Procedimientos
Mowiol 4/88 (15 %)	28,9	1. Añadir Carga del Reactor y calentar a 53-55 °C, con un baño de 55 °C. Esperar aproximadamente de 15 a 30 minutos.
Disponil FES 77 (32 %)	0,28	
NaFe EDTA	0,02	
TBHP 70	0,28	
Agua desionizada	197,3	
Alimentación de monómeros		2. Añadir 35,2 g de alimentación de monómeros y 11,1 g de preemulsión.
Agua desionizada	559,2	
Metacrilato de 2-hidroxietilo	267,0	
TBHP 70	1,4	
Preemulsión		3. Comenzar la alimentación del activador a 0,17 g/min (51,0 g) (300 min).
Agua desionizada	28,2	
Disponil FES 77 (32 %)	12,7	
Mowiol 4/88 (15 %)	28,9	
NH ₃ (19 %)	7,0	
Metacrilato de 2-etilhexilo	78,3	
Ácido metacrílico	10,7	
Alimentación de activador		4. Después de 10 minutos, comenzar la alimentación de monómeros y la preemulsión. Alimentación de monómero a 2,93 g/min (792,4 g) (270min) y preemulsión a 0,57 g/min (154,7 g) (270 min). Después de que se añadiera alimentación de monómeros y preemulsión, añadir 10 g de agua desionizada de Dilución.
Agua desionizada	50,0	
Buggolite E01	1,0	
Después de la adición		5. Esperar 30 minutos después de que se haya añadido alimentación de activación, después añadir Después de la adición. Esperar una hora después de añadir Después de la adición, después diluir al 4 % y comenzar a enfriar y descargar.
TBHP 70	0,71	
Acticida GA	0,40	
Agua DI	7,05	
Dilución		
Agua desionizada	135,6	
Total	1425,0	

Tabla 13

Muestras 17 y 18		
Carga del reactor	gramos	Procedimientos
Mowiol 4/88 (15 %)	28,9	1. Añadir Carga del reactor y calentar a 53-55 °C, con un baño de 55 °C. Esperar aproximadamente de 15 a 30 minutos.
Disponil FES 77 (32 %)	0,28	
NaFe EDTA	0,02	
TBHP 70	0,28	
Agua desionizada	197,3	
Alimentación de monómeros		2. Añadir 35,2 g de Alimentación de monómeros y 11,1 g de preemulsión.
Agua desionizada	559,2	
Metacrilato de 2-hidroxietilo	267,0	
TBHP 70	1,41	
Preemulsión		3. Comenzar Alimentación de activador a 0,17 g/min (51,0 g) (300 min).
Agua desionizada	28,2	
Disponil FES 77 (32 %)	12,7	
Mowiol 4/88 (15 %)	28,9	
		4. Después de 10 minutos, comenzar alimentación de monómeros y preemulsión. Alimentación de monómeros a 2,93 g/min (792,4 g) (270 min) y preemulsión a 0,57 g/min (154,7 g) (270 min).
		5. Esperar 30 minutos después de que se haya añadido la alimentación de activación, después añadir Después de la Adición. Esperar una hora después de añadir Después de la Adición, después diluir al 4 % y comenzar a enfriar y descargar.

(continuación)

Muestras 17 y 18		
Carga del reactor	gramos	Procedimientos
NH ₃ (19 %)	7,0	
Metacrilato de laurilo (LM)	78,3	
Ácido metacrílico	10,7	
Alimentación de activador		
Agua desionizada	50,0	
Buggolite E01	0,99	
Después de la adición		
TBHP 70	0,71	
Acticida GA	0,40	
Agua DI	7,05	
Dilución		
Agua desionizada	135,6	
Total	1425,0	

Tabla 14

Muestra 19		
Carga de Reactor	gramos	Procedimientos
Mowiol 4/88 (15 %)	28,9	<p>1. Añadir Carga de Reactor y calentar a 53-55 °C, con un baño de 55 °C. Esperar aproximadamente de 15 a 30 minutos.</p> <p>2. Añadir 35,2 g de alimentación de monómeros y 11,1 g de preemulsión.</p> <p>3. Comenzar Alimentación de activador a 0,17 g/min (51,0 g) (300 min).</p> <p>4. Después de 10 minutos, comenzar alimentación de monómeros y preemulsión. Alimentación de monómeros a 2,93 g/min (792,4 g) (270 min) y preemulsión a 0,57 g/min (154,7 g) (270 min).</p> <p>5. Esperar 30 minutos después de que se haya añadido la alimentación de activación, después añadir Después de la Adición. Esperar una hora y después diluir al 4 % y comenzar a enfriar y descargar.</p>
Disponil FES 77 (32 %)	0,28	
NaFe EDTA	0,02	
TBHP 70	0,28	
Agua desionizada	197,3	
Alimentación de monómeros		
Agua desionizada	559,2	
Metacrilato de 2-hidroxietilo	267,0	
TBHP 70	1,41	
Preemulsión		
Agua desionizada	28,2	
Disponil FES 77 (32 %)	12,7	
Mowiol 4/88 (15 %)	28,9	
NH ₃ (19 %)	7,0	
2-EHA	39,2	
Metacrilato de metilo	39,2	
Ácido metacrílico	10,7	
Alimentación de activador		
Agua desionizada	50,0	
Buggolite E01	0,99	
Después de la adición		
TBHP 70	0,71	
Acticida GA	0,40	
Agua desionizada	7,05	
Agua de aclarado		

(continuación)

Muestra 19		
Carga de Reactor	gramos	Procedimientos
Agua desionizada	15,00	
Dilución		
Agua desionizada	130,60	
Total	1425,0	

Las muestras de emulsión 20, 21 y 22 evaluadas se prepararon de acuerdo con los siguientes procedimientos generales y usando los parámetros aproximados indicados en la Tabla 15 a continuación:

5

1. Añadir la Carga Inicial del Reactor y calentar el lote a 55 °C;

2. Añadir 1,1 gramos de preemulsión y 68,8 gramos de alimentación de monómeros al reactor;

10

3. Mantener el lote para permitir que la temperatura del lote se equilibre a 55 °C;

4. Comenzar la alimentación del activador a 0,17 g/min durante 15 minutos;

15

5. Coalimentar la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión durante 270 minutos;

6. Después de la alimentación del activador, cocine el lote durante 30 minutos;

7. Añadir Después de la adición y mantener durante otros 60 minutos;

20

8. Enfriar el lote y añadir biocidas, aclarar y diluir.

Tabla 15

	Muestra 20	Muestra 21	Muestra 22
<u>Carga inicial del Reactor</u>	Carga (gramo)	Carga (gramo)	Carga (gramos)
BP-04 (15 %)	34,3	34,3	34,3
NaFe EDTA	0,02	0,02	0,02
t-BHP, 70 %	0,20	0,20	0,20
Agua desionizada	190,5	190,5	190,5
<u>Alimentación de monómeros</u>			
Agua desionizada	547,0	547,0	547,0
Metacrilato de 2-hidroxietilo	262,0	262,0	262,0
t-BHP, 70 %	0,83	0,83	0,83
<u>Preemulsión</u>			
Agua desionizada	21,5	21,5	21,5
Disponil FES 77 (32 %)	15,2	15,2	15,2
BP-04 (15 %)	34,3	34,3	34,3
Amoniaco, 19 %	16,0	16,0	16,0
Acrilato de 2-etilhexilo	48,1	57,8	67,4
Metacrilato de metilo	28,9	19,3	9,6
Ácido metacrílico	10,5	10,5	10,5
<u>Activador de alimentación, sólidos</u>			
Agua desionizada	49,6	49,6	49,6
Bruggolite E01	1,00	1,00	1,00
<u>Después de la adición</u>			
t-BHP, 70 %	0,20	0,20	0,20
Agua desionizada	2,00	2,00	2,00
Bruggolite E01	0,19	0,19	0,19
NaFe EDTA	0,01	0,01	0,01
Agua desionizada	5,00	5,00	5,00
<u>Biocidas</u>			

(continuación)

	Muestra 20	Muestra 21	Muestra 22
Carga inicial del Reactor	Carga (gramo)	Carga (gramo)	Carga (gramos)
Acticida GA	0,40	0,40	0,40
Agua desionizada	6,90	6,90	6,90
Agua de aclarado			
Agua desionizada	14,70	14,70	14,70
Dilución			
Agua desionizada	110,70	110,70	110,70
Gran Total	1400,1	1400,2	1400,1

Además, en algunas realizaciones, el rendimiento de colocación en seco de un recubrimiento puede mejorarse adicionalmente mediante el monómero ácido, tal como ácido metacrílico, en la alimentación de monómeros y/o la alimentación de preemulsión. A modo de ejemplo, las muestras de emulsión 23, 24 y 25 evaluadas se prepararon basándose en la Tabla 16 a continuación de acuerdo con los siguientes procedimientos generales y usando los parámetros aproximados que se indican a continuación:

1. Añadir la carga inicial del reactor y calentar el lote a 55 °C;
2. Añadir 1,1 gramos de preemulsión y 68,8 gramos de alimentación de monómeros al reactor;
3. Mantener el lote para permitir que la temperatura del lote se equilibre a 55 °C;
4. Comenzar la alimentación del activador a 0,17 g/min durante 15 minutos;
5. Co-alimentar la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión durante 270 minutos;
6. Después de la alimentación del activador, cocinar el lote durante 30 minutos;
7. Añadir Después de la adición y mantenga el lote durante otros 60 minutos;
8. Enfriar el lote y añadir biocidas, aclarar y diluir.

Tabla 16

	Muestra 23	Muestra 24	Muestra 25
Carga inicial del Reactor	(gramo)	Carga (gramo)	Carga (gramo)
BP-04 (15 %)	33,7	33,7	33,7
NaFe EDTA	0,02	0,02	0,02
t-BHP, 70 %	0,20	0,20	0,20
Agua desionizada	191,1	191,1	191,1
Alimentación de monómeros			
Agua desionizada	547,0	547,0	547,0
Metacrilato de 2-hidroxietilo	262,0	262,0	262,0
t-BHP, 70 %	0,83	0,83	0,83
Preemulsión			
Agua desionizada	34,1	18,0	10,0
Disponil FES 77 (32 %)	15,2	15,2	15,2
BP-04 (15 %)	33,7	33,7	33,7
Amoniaco, 19 %	8,0	24,0	32,0
Acrilato de 2-etilhexilo	41,1	35,9	33,3
Metacrilato de metilo	41,1	35,9	33,3
Ácido metacrílico	5,3	15,8	21,0
Activador de alimentación, sólidos			
Agua desionizada	49,6	49,6	49,6
Bruggolite E01	1,00	1,00	1,00
Después de la adición			
t-BHP, 70 %	0,40	0,40	0,40
Agua desionizada	1,80	1,80	1,80

(continuación)

	Muestra 23	Muestra 24	Muestra 25
Carga inicial del Reactor	(gramo)	Carga (gramo)	Carga (gramo)
Bruggolite E01	0,19	0,19	0,19
NaFe EDTA	0,01	0,01	0,01
Agua desionizada	5,00	5,00	5,00
Biocidas			
Acticida GA	0,40	0,40	0,40
Agua desionizada	6,90	6,90	6,90
Agua de aclarado			
Agua desionizada	10,60	10,60	10,60
Dilución			
Agua desionizada	180,70	180,70	180,70
Gran Total	1470,0	1470,0	1400,1

5 En las realizaciones para guantes de goma o látex, los guantes pueden requerir la capacidad de ponerse, es decir, la capacidad de deslizar un guante sobre y fuera de la superficie de la piel, con una fricción mínima. Como tal, un recubrimiento de guante flexible y no adhesivo aplicado al interior de un guante puede ser útil para permitir la colocación, en húmedo o en seco, del guante con un bloqueo mínimo y sin fricción indebida o adherencia. Por tanto, para estas y/u otras consideraciones, se realizaron ensayos comparativos de las anteriores muestras de recubrimiento recubriendo películas de látex con los recubrimientos de muestra, en los que se aplicó un recubrimiento de muestra a cada película. Antes de la aplicación a la película, las muestras de recubrimiento a base de disolventes se diluyeron hasta aproximadamente el 4 % de concentración de sólidos usando una mezcla de metanol y acetato de etilo y la emulsión y los recubrimientos hidrosolubles se diluyeron con agua desionizada hasta aproximadamente el 4 % de la concentración total de sólidos. Después, para las muestras indicadas como que tienen un agente de reticulación, el agente de reticulación indicado se añadió al copolímero. La solución de polímero se recubrió después sobre una película de látex usando un procedimiento de inmersión convencional.

10

15 Posteriormente, la película recubierta se cloró con una resistencia al cloro de aproximadamente 100 partes por millón para retirar cualquier polvo y reducir la adherencia de la superficie.

Las muestras se analizaron para determinar sus coeficientes de fricción estática y cinética ("CDF") y también para determinar sus niveles de adherencia y suavidad. Los resultados se presentan a continuación en la Tabla 17 para recubrimientos de polímeros a base de disolventes, la Tabla 18 para recubrimientos de polímeros hidrosolubles y la Tabla 19 para emulsiones de polímero.

20

Tabla 17

	Muestra 8	Muestra 9	Muestra 10	Muestra 11
	Disolvente	Disolvente	Disolvente	Disolvente
metacrilato de 2-hidroxietilo	68	93	95	75
acrilato de 2-etilhexilo	23	5	5	25
ácido metacrílico	9	2		
acrilato de 4-hidroxibutilo				
metacrilato de 2-etilhexilo				
metacrilato de laurilo				
metacrilato de metilo				
total	100	100	100	100
Agente de reticulación añadido	XC113 al 2 %	XC113 al 2 %	Tyzor AA al 0,5 %	Tyzor AA al 0,5 %
Datos de ensayo				
CDF - estática	0,09	0,10	0,03	0,08
CDF - cinética	0,07	0,09	0,03	0,07
Adherencia - Formada	no pegajosa	no pegajosa	no pegajosa	no pegajosa
Adherencia - Clorada	no pegajosa	no pegajosa	no pegajosa	no pegajosa
Suavidad - Formada	lisa	lisa	lisa	lisa
Suavidad - Clorada	lisa	lisa	lisa	lisa

Tabla18

	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6	Muestra 7
	Hidrosoluble	Hidrosoluble	Hidrosoluble	Hidrosoluble	Hidrosoluble	Hidrosoluble	Hidrosoluble
Metacrilato de 2-hidroxietilo	60	60	90	90	97	87	87
Acrilato de 2-etilhexilo							
Ácido metacrílico	10	10	10	10	3	10	10
Acrilato de 4-hidroxibutilo	30	30				3	3
metacrilato de 2-etilhexilo							
metacrilato de metilo							
total	100	100	100	100	100	100	100
Agente de reticulación añadido	N/A	Polycup 172 al 2 %	N/A	Polycup 172 al 2 %	Polycup 172 al 2 %	Polycup 172 al 2 %	XC113 al 2 %
Datos de ensayo							
CDF - estática	2,23	N/R	2,18	N/R	0,18	N/R	0,62
CDF - cinética	0,69	N/R	0,6	N/R	0,48	N/R	0,46
Adherencia - Formada	adhesivo	adhesivo	adhesivo	adhesivo	no adhesivo	adhesivo	no adhesivo
Adherencia - Clorada	adhesivo	adhesivo	adhesivo	adhesivo	no adhesivo	adhesivo	no adhesivo
Suavidad - Formada	Resistente al avance	Resistente al avance	Resistente al avance	Resistente al avance	Menos resistente al avance	Resistente al avance	Menos resistente al avance
Suavidad - Clorada	Resistente al avance	Resistente al avance	Menos resistente al avance				

Tabla 19

	Muestra 12	Muestra 13	Muestra 14	Muestra 15	Muestra 16	Muestra 17	Muestra 19	Muestra 18
	Emulsión	Emulsión	Emulsión	Emulsión	Emulsión	Emulsión	Emulsión	Emulsión
Metacrilato de 2 hidroxietilo	75	75	75	75	75	75	75	75
acrilato de 2-etilhexilo	22	22	22				11	
ácido metacrílico	3	3	3	3	3	3	3	3
acrilato de hidroxibutilo								
Metacrilato de 2-etilhexilo				22	22			
metacrilato de laurilo						22		22
metacrilato de metilo							11	
total	100	100	100	100	100	100	100	100
Agente de reticulación añadido	N/A	Polycup 172 al 2 %	Carb. E-02 al 2 %	Polycup 172 al 2 %	Carb. E-02 al 2 %	Polycup 172 al 2 %	Carb. E-02 al 2 %	Polycup 172 al 2 %
Datos de ensayo								
CDF - estática	0,97	0,39	1,5	0,69	0,74	Adhesivo en el nivel formado	0,05	0,74
CDF - cinética	0,95	0,45	1,45	1,02	0,82	adhesivo	0,12	0,5
Adherencia - Formada	no adhesivo	adhesivo	no adhesivo	no adhesivo				
Adherencia - Clorada	no adhesivo	No clorado	no adhesivo	no adhesivo				
Suavidad - Formada	menos resistente al avance		menos resistente al avance	menos resistente al avance				
Suavidad - Clorada	menos resistente al avance		menos resistente al avance	menos resistente al avance				

ES 2 717 760 T3

Las siguientes Tablas 20-23 muestran los resultados de experimentos adicionales que someten a ensayo los coeficientes de fricción ("CDF") para las Muestras A-G, que son emulsiones de polímero que contienen HEMA/EHA/MMA/MAA (75/11/11/3). El recubrimiento se refiere al % de contenido de sólidos total (CST) y CYMEL® 373 se refiere a un agente de reticulación de melamina-formaldehído metilado disponible en Cytec Industries de Woodland Park, Nueva Jersey.

5

Tabla 20

MUESTRA	A				B			
CST de Recubrimiento (%)	4,0				4,0			
CYMEL® 373 (%)	4,0				3,5			
Imprimación ácida (HCl %)	0				0			
Coeficiente de fricción (CDF)	Colocación en la Palma		Colocación en el dedo		Colocación en la Palma		Colocación en el dedo	
Muestra	Estática	Cinética	Estática	Cinética	Estática	Cinética	Estática	cinética
Promedio	0,04	0,04	0,08	0,09	0,04	0,06	0,08	0,09
Desviación típica	0,01	0,01	0,07	0,09	0,01	0,01	0,00	0,01
Propiedades físicas de los guantes clorados (no envejecido)								
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	280				281			
Esfuerzo 300 % (kg/cm ²)	17				15			
Esfuerzo 500 % (kg/cm ²)	49				38			
Alargamiento de rotura %	845				885			
Contenido de polvo								
Contenido de polvo (mg/guante)	No sometido a ensayo				1,22			
Observaciones								
Uniformidad del recubrimiento	Buena				Buena			
* grado de formación de escamas de recubrimiento	4				4			

Tabla 21

MUESTRA	C				D			
CST de Recubrimiento (%)	4,0				4,0			
CYMEL® 373 (%)	3,5				3,5			
Imprimación ácida (HCl %)	0,03				1,5			
Coeficiente de fricción (CDF)	Colocación en la Palma		Colocación en el dedo		Colocación en la Palma		Colocación en el dedo	
Muestra	Estática	Cinética	Estática	Cinética	Estática	Cinética	Estática	cinética
Promedio	0,03	0,04	0,06	0,08	0,02	0,03	0,04	0,08
Desviación típica	0,01	0,01	0,02	0,02	0,01	0,01	0,00	0,01
Propiedades físicas de los guantes clorados (no envejecido)								
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	254				243			
Esfuerzo 300 % (kg/cm ²)	14				15			
Esfuerzo 500 % (kg/cm ²)	32				34			
Alargamiento de rotura %	845				924			
Contenido de polvo								
Contenido de polvo (mg/guante)	No sometido a ensayo				0,86			
Observaciones								
Uniformidad del recubrimiento	Buena				Buena			
* grado de formación de escamas de recubrimiento	3				2			

Tabla 22

MUESTRA	E				F			
CST de Recubrimiento (%)	3,5				3,5			
CYMEL® 373 (%)	3,5				3,5			
Imprimación ácida (HCl %)	0				1,5			
Coeficiente de fricción (CDF)	Colocación en la Palma		Colocación en el dedo		Colocación en la Palma		Colocación en el dedo	
Muestra	Estática	Cinética	Estática	Cinética	Estática	Cinética	Estática	Cinética
Promedio	0,08	0,08	0,04	0,05	0,03	0,04	0,07	0,07
Desviación típica	0,08	0,07	0,04	0,04	0,02	0,02	0,03	0,03
Propiedades físicas de los guantes clorados (no envejecido)								
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	273				236			
Esfuerzo 300 % (kg/cm ²)	15				11			
Esfuerzo 500 % (kg/cm ²)	37				28			
Alargamiento de rotura %	845				924			
Contenido de polvo								
Contenido de polvo (mg/guante)	1,56				No sometido a ensayo			
Observaciones								
Uniformidad del recubrimiento	Buena				Excelente			
* grado de formación de escamas de recubrimiento	3				2			

Tabla 23

MUESTRA	G			
CST de Recubrimiento (%)	3,5			
CYMEL® 373 (%)	3,5			
Imprimación ácida (HCl %)	1,0			
Coeficiente de fricción (CDF)	Colocación en la Palma		Colocación en el dedo	
Muestra	Estática	Cinética	Estática	Cinética
Promedio	0,05	0,05	0,04	0,05
Desviación típica	0,02	0,00	0,00	0,00
Propiedades físicas de los guantes clorados (no envejecido)				
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	223			
Esfuerzo 300 % (kg/cm ²)	11			
Esfuerzo 500 % (kg/cm ²)	20			
Alargamiento de rotura %	963			
Contenido de polvo				
Contenido de polvo (mg/guante)	0,78			
Observaciones				
Uniformidad del recubrimiento	Excelente			
* grado de formación de escamas de recubrimiento	2			

- 5 La adherencia y la suavidad observadas en el ensayo se registraron usando un producto conocido a base de disolvente que tiene un rendimiento adecuado en guantes como referencia. Como se muestra por los resultados en las Tablas 17, 18 y 19, algunas emulsiones de ejemplo generalmente proporcionan resultados de coeficiente de fricción comparables o más bajos. Los recubrimientos de emulsión de ejemplo también proporcionan resultados de adherencia y suavidad mejorados en comparación con los recubrimientos a base de agua. La muestra 19 también
- 10 proporciona resultados de fricción comparables en comparación con los recubrimientos a base de disolventes. Además, algunas muestras de emulsión proporcionaron resultados de coeficiente de fricción comparables en comparación con los recubrimientos a base de disolventes. Debe observarse que determinada rugosidad de la superficie del recubrimiento puede ser deseable en determinadas realizaciones, tal como en el caso de los recubrimientos aplicados a guantes y otros materiales de colocación, debido a que la rugosidad o morfología puede
- 15 proporcionar menos contacto entre el material y la piel del usuario, lo cual puede proporcionar propiedades de colocación deseables.

Como se muestra en las figuras adjuntas, se obtuvieron imágenes de microscopía electrónica de barrido para algunas de las muestras. Las figuras 3A y 3B son imágenes de una película recubierta con una emulsión preparada usando un 75 % de metacrilato de 2-hidroxietilo, un 22 % de acrilato de 2-etilhexilo y un 3 % de ácido metacrílico. La Fig. 6 es una imagen de una película recubierta con una emulsión preparada usando un 75 % de metacrilato de 2-hidroxietilo, un 22 % de metacrilato de laurilo y un 3 % de ácido metacrílico y la Fig. 7 es una imagen de una película recubierta con una emulsión preparada usando un 75 % de metacrilato de 2-hidroxietilo, un 22 % de metacrilato de laurilo y un 3 % de ácido metacrílico.

Como se muestra en las imágenes a las que se hace referencia, el recubrimiento sobre películas usando una emulsión como se desvela en el presente documento presenta poco agrietamiento y proporciona una aplicación relativamente lisa. En particular, esos recubrimientos de emulsión muestran menos agrietamiento y una aplicación más lisa a la película que las muestras que emplean recubrimientos a base de agua que se muestran en las Figs. 1A, 1B, 2A y 2B. Además, los recubrimientos de emulsión también presentan ventajosamente menos agrietamiento y agrietamiento menos grave en comparación con la película que tiene un recubrimiento a base de disolvente que se muestra en las Figs. 4A y 4B. Los recubrimientos en emulsión también evidencian una aplicación más lisa y un agrietamiento menos grave en comparación con la película que tiene un recubrimiento a base de disolvente en la Fig. 5. Estos resultados también se demuestran por el recubrimiento en emulsión que se muestra en las Figs. 12A, 12B y 12C, que se explican en detalle a continuación.

También se determinaron propiedades físicas adicionales para determinadas muestras de ensayo. Además, se usó un control a base de disolvente para los ensayos de comparación, en el que se sabe que el control es eficaz en aplicaciones de recubrimiento de guantes. Estas propiedades físicas se registran en la siguiente tabla y se añadió cualquier agente de reticulación referenciado al 2 % basándose en el peso seco del agente de reticulación con respecto al peso seco del copolímero. Según lo indicado por esos resultados, las emulsiones formadas de acuerdo con la divulgación en el presente documento proporcionan características de estiramiento y resistencia comparables o favorables cuando se comparan con los recubrimientos a base de disolventes y a base de agua. Estas emulsiones también proporcionan ahorros en costes y reducen los contaminantes en comparación con los recubrimientos a base de disolventes.

Tabla 24

Base de polímero	Disolvente	Agua			Emulsión		Disolvente	
Tipo de recubrimiento	Control	Muestra 1 (blanda)	Muestra 3 (dura)	Muestra 7	Muestra 12	Muestra 13	Muestra 8	Muestra 9
Agente de reticulación	No añadido	No añadido		XC113	No añadido	Polycup 173	XC113	XC113
Nivel formado								
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	271	215	216	No sometido a ensayo	280	264	No sometido a ensayo	No sometido a ensayo
Módulo a 300 % (kg/cm ²)	12	18	20	No sometido a ensayo	19	18	No sometido a ensayo	No sometido a ensayo
Módulo a 500 % (kg/cm ²)	31	51	62	No sometido a ensayo	50	46	No sometido a ensayo	No sometido a ensayo
Alargamiento de rotura (%)	904	845	766	No sometido a ensayo	845	845	No sometido a ensayo	No sometido a ensayo
Nivel de clorado								
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	317	288	282	256	328	290	255	267
Módulo a 300 % (kg/cm ²)	13	15	14	21	18	16	17	20
Módulo a 500 % (kg/cm ²)	36	40	37	51	42	38	43	45
Alargamiento de rotura (%)	884	845	845	865	845	884	825	825

La nanodureza y el módulo reducido también se midieron para algunas de las muestras anteriores mediante ensayos de nano-indentación, que proporcionaron los siguientes resultados, como se muestra en la Tabla 25.

Tabla 25

Base de polímero	Dureza (GPa)	Módulo reducido (GPa)
Emulsión Muestra 13 (2 % Polycup 172)	0,072	1,969
Emulsión Muestra 17 (2 % Polycup 172)	0,069	1,861
Emulsión Muestra 18 (2 % Polycup 172)	0,055	1,977
Disolvente Muestra 11	0,023	0,611

Los ensayos, incluyendo la observación de descamación, se realizaron en películas de látex recubiertas con las Muestras 19, 20, 21 y 22 y una etapa de imprimación ácida que comprende una solución de HCl del 1 % usando los siguientes procedimientos:

1. El copolímero a base de emulsión se diluyó con agua desionizada ("DI") a un 3,5-4,0 % del contenido de sólidos total ("CST").
2. Se añadió un 3,5-4,0 % del agente de reticulación Cymel 373 a la emulsión de las Muestras 19, 20, 21 y 22 basándose en el peso seco del agente de reticulación con respecto al peso seco del copolímero.
3. La solución de polímero se enfrió y se mantuvo a aproximadamente 34 °C.
4. Antes de la aplicación del recubrimiento de polímero, la muestra del guante se trató anteriormente sumergiéndola en una solución de imprimación ácida de HCl y se secó en el horno a una temperatura de 100 °C a 150 °C durante 1 a 2 minutos.
5. La solución de polímero se recubrió después con una película de látex tratada anteriormente, calentándose la película de látex hasta una temperatura de aproximadamente 40-45 °C antes del proceso de recubrimiento.
6. Después del recubrimiento, el molde sobre el que se aplicó la película se giró en el horno para garantizar un recubrimiento uniforme de la película.
7. La película recubierta se curó después a 140 °C durante 30 minutos.
8. La película recubierta se cloró después en el lado de la colocación y/o del paciente para retirar cualquier polvo con una concentración de cloro de aproximadamente 80 ppm.
9. Las películas recubiertas se sometieron a ensayo como se indica en la siguiente tabla. Las muestras envejecidas se envejecieron usando un proceso de envejecimiento acelerado por calor, como se especifica en el método ASTM D-412, en el que los guantes envejecidos se colocaron en un horno durante 7 días a aproximadamente 70 °C. Las muestras no procesadas se analizaron sin realizar dicho proceso de envejecimiento por tratamiento térmico.

Basándose en los procedimientos de ensayo anteriores, se obtuvieron los siguientes resultados como se muestra en la Tabla 26 a continuación, en los que el grado de descamación del recubrimiento se evaluó en una escala de 1 a 5, donde 1 indica la descamación más baja y 5 indica la descamación más alta. Como puede observarse, el grado de descamación y el rendimiento característico de un recubrimiento pueden controlarse mediante la relación de monómeros "duros" con respecto a monómeros "blandos".

Tabla 26

Recubrimiento	Muestra 19		Muestra 20		Muestra 21		Muestra 22	
	3,5		3,5		3,5		3,5	
CST del recubrimiento (%)	3,5		3,5		3,5		3,5	
Cymel 373 (%)	3,5		3,5		3,5		3,5	
Imprimación ácida (% de HCl)	1		1		1		1	
Coeficiente de fricción (CDF)	Colocación en la palma		Colocación en el dedo		Colocación en la palma		Colocación en el dedo	
	Estática	Cinética	Estática	Cinética	Estática	Cinética	Estática	Cinética
Muestra	0,11	0,09	0,05	0,06	0,27	0,30	0,21	0,19
Promedio	0,03	0,02	0,02	0,04	0,15	0,17	0,18	0,15
Desviación típica	0,03	0,02	0,02	0,04	0,15	0,17	0,18	0,15
Propiedades físicas de los guantes estériles (sin envejecer)								
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	261		256		260		252	
Tensión 300 % (kg/cm ²)	11		11		14		12	
Tensión 500 % (kg/cm ²)	24		27		32		30	
Último alargamiento %	884		924		924		924	
Propiedades físicas de los guantes estériles (envejecidos)								
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	198		195		220		194	
Tensión 300 % (kg/cm ²)	10		8		11		12	
Tensión 500 % (kg/cm ²)	21		14		30		27	
Alargamiento de rotura %	884		884		884		884	

(continuación)

Recubrimiento	Muestra 19	Muestra 20	Muestra 21	Muestra 22
Observaciones				
Sedimentación del recubrimiento	No sometida a ensayo	No	No	No
Adherencia interna durante el procesamiento	No sometida a ensayo	Ligeramente	No	poco
Colocación en seco	Buena	Buena	Buena sin uniformidad	Buena sin uniformidad
* Grado de descamación del recubrimiento	1	1	2	1

ES 2 717 760 T3

Los ensayos, incluyendo la observación de descamación, se realizó en películas de látex recubiertas con las Muestras 19, 23, 24 y 25 usando los siguientes procedimientos:

- 5 1. El copolímero a base de emulsión se diluyó con agua desionizada ("DI") hasta el 3,5-4,0 % del contenido de sólidos total ("CST").
2. Se añadió 3,5-4,0 % del agente de reticulación Cymel 373 a la Emulsión de las Muestras 19, 23, 24 y 25 basándose en el peso en seco del agente de reticulación con respecto al peso en seco del copolímero.
3. La solución de polímero se enfrió y se mantuvo a aproximadamente 34 °C.
- 10 4. Antes de la aplicación del recubrimiento de polímero, la muestra del guante se pretrató sumergiéndola en una solución de inyección de aluminio y se secó en el horno a una temperatura de 100 °C a 150 °C durante 1 a 2 minutos.
5. La solución de polímero se recubrió sobre la película de látex pretratada, calentándose la película de látex hasta una temperatura de aproximadamente 40-45 °C antes del proceso de recubrimiento.
- 15 6. Después del recubrimiento, el molde sobre el que se aplicó la película se giró en el horno para garantizar un recubrimiento uniforme de la película.
7. La película recubierta se curó después a 140 °C durante 30 minutos.
8. La película recubierta se cloró después en el lado de la colocación y/o del paciente para retirar cualquier polvo con una concentración de cloro de aproximadamente 80 ppm.
- 20 9. Las películas recubiertas se sometieron a ensayo como se indica en la siguiente tabla. Las muestras envejecidas se envejecieron usando un proceso de envejecimiento acelerado por calor, como se especifica en el método ASTM D-412. En general, los guantes envejecidos se colocaron en un horno durante 7 días a aproximadamente 70 °C. Las muestras no procesadas se analizaron sin realizar dicho proceso de envejecimiento por tratamiento térmico.
- 25 Basándose en los procedimientos de ensayo anteriores, se obtuvieron los siguientes resultados, como se muestra en la Tabla 27 a continuación, en los que el grado de descamación del recubrimiento se evaluó en una escala de 1 a 5, en la que 1 indica la descamación más baja y 5 indica la descamación más alta. Como puede observarse, el mejor rendimiento de la colocación en seco se consiguió a un nivel de ácido metacrílico (MAA) del 1,5 % (peso/peso), como se muestra en la muestra 23. En general, las mejores propiedades físicas presentadas tanto para guantes
- 30 envejecidos como no envejecidos se observaron con la muestra 23.

Tabla 27

Recubrimiento	Muestra 19			Muestra 23			Muestra 24			Muestra 25					
	3,5	3,5	1,5 %	3,5	3,5	1,5 %	3,5	3,5	1,5 %	3,5	3,5	1,5 %			
CST del recubrimiento (%)															
Cymel 373 (%)															
Imprimación de sulfato de aluminio															
Coeficiente de fricción (CDF)	Colocación en la palma			Colocación en el dedo			Colocación en la palma			Colocación en el dedo					
	Estática	Cinética	Estática	Estática	Cinética	Estática	Estática	Cinética	Estática	Cinética	Estática	Cinética			
Muestra	0,16	0,17	0,34	0,13	0,14	0,03	0,04	0,08	0,08	0,02	0,04	0,18	0,21	0,08	0,09
Promedio	0,04	0,04	0,33	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03	0,02	0,00	0,03	0,03	0,07	0,04	0,04
Desviación típica															
Propiedades físicas de los guantes estériles (sin envejecer)															
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	289			274			280			268					
Tensión 300 % (kg/cm ²)	11			12			11			12					
Tensión 500 % (kg/cm ²)	25			24			24			29					
Último alargamiento %	924			924			943			924					
Propiedades físicas de los guantes estériles (envejecidos)															
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	287			280			302			277					
Tensión 300 % (kg/cm ²)	12			11			12			12					
Tensión 500 % (kg/cm ²)	29			24			27			26					
Alargamiento de rotura %	943			943			924			884					
Contenido de polvo (mg/guante)	1,82			1,46			1,42			1,40					
Observaciones															
Sedimentación del recubrimiento	No			No			Sí			Sí					
Adherencia interna durante el procesamiento	Ligeramente			No			Sí			Sí					
Colocación en seco	Feria			Mejor entre las muestras			Feria			Justo					

(continuación)

Recubrimiento	Muestra 19	Muestra 23	Muestra 24	Muestra 25
* Grado de descamación del recubrimiento	2	2	2	2

En algunas realizaciones, los recubrimientos de emulsión pueden aplicarse a un artículo, tal como guantes de látex o de goma. El artículo puede formarse mediante cualquier método conocido en la técnica, tal como los descritos en la Patente de los EE.UU. N.º 4.548.844, la Patente de los EE.UU. N.º 6.673.404, la Patente de los EE.UU. N.º 6.828.387 y la Patente de los EE.UU. N.º 8.110.266. En algunas realizaciones en las que el artículo es un guante, el
 5 guante puede formarse mediante procesos de inmersión conocidos en la técnica. Durante la fabricación de esos guantes, puede usarse un molde de mano (también denominado "molde de guante" o mandril) para sumergir. El mandril puede ser un molde de porcelana con forma de mano. Como se ha mencionado anteriormente y en los datos adicionales en el presente documento, el "nivel formado" se refiere al proceso de producción del artículo en el cual el
 10 molde en primer lugar tiene un recubrimiento desprendible aplicado directamente al molde seguido de inmersión en látex para formar el guante. Después, puede aplicarse un recubrimiento, tal como los copolímeros a base de disolvente, a base de agua o emulsión analizados en el presente documento, sobre el látex, tal como en el lado de colocación del guante.

En algunas realizaciones en las que se forma un guante alrededor de un molde, el molde puede limpiarse primero
 15 con un material, tal como ácido cítrico. Después, el molde puede sumergirse en un material coagulante, secarse y después sumergirse en un material de goma líquido tal como látex. El molde recubierto de goma puede secarse y después sumergirse en una solución de lixiviación. La solución de lixiviación puede permitir que las sales coagulantes se disuelvan y/o se retiren por lavado.

El guante puede moldearse con el lado del paciente en contacto con el molde y el lado de colocación en el exterior.
 20 Cuando se retira el guante del molde, el guante se invierte habitualmente de manera que el lado de colocación esté entonces en el interior del guante y el lado del paciente está en el exterior.

En algunas realizaciones, después de sumergir el molde recubierto de goma en una solución de lixiviación, el molde
 25 recubierto de goma puede secarse, por ejemplo, mediante secado al aire o mediante el uso de un secador y después sometiéndolo a un proceso de imprimación ácida. El proceso de imprimación ácida puede comprender la aplicación de ácido a ambos lados del guante, preferentemente el lado en el que se aplica un recubrimiento. El proceso de imprimación ácida puede comprender sumergir el molde recubierto de goma (es decir, el guante sobre el
 30 molde) en una composición líquida que comprende un ácido, tal como ácido sulfúrico o ácido clorhídrico. El ácido puede diluirse después y en algunas realizaciones, la composición líquida que comprende un ácido puede comprender soluciones ácidas de hasta el 20 %, más preferentemente hasta el 5 % y aún más preferentemente del 1 % al 4,5 % (p/p). En otras realizaciones, es preferible proporcionar una solución ácida que comprenda del 1 % al 3 % en peso. En otra realización, el guante puede sumergirse en una composición líquida que comprenda una
 35 solución de sulfato de aluminio como solución de imprimación ácida. La composición líquida en la presente realización puede comprender sulfato de aluminio en cantidades de hasta el 10 % (p/p), más preferentemente de hasta el 7 % y aún más preferentemente del 5 % al 3 %. En otras realizaciones, es preferible proporcionar cantidades de sulfato de aluminio del 0,5 % al 1,5 %.

Después de sumergir el molde recubierto de goma en la composición líquida, el molde recubierto de goma puede
 40 sumergirse o aclararse en un baño, tal como una solución alcalina o preferentemente una solución acuosa. A diferencia de otros procesos en la técnica, la inmersión o el aclarado del molde recubierto de goma en una solución alcalina, tal como una solución que comprende amoníaco o hidróxido de amonio, no se requiere con los procesos que se describen en el presente documento. Esto proporciona un beneficio sobre otros procesos de recubrimiento en la técnica. En los procesos que usan una solución alcalina, generalmente se requiere un tanque de inmersión
 45 adicional para facilitar la inmersión alcalina y requiere esfuerzos adicionales para controlar la concentración de pH requerida de la solución alcalina durante un proceso de inmersión continuo real. El proceso descrito en el presente documento, que puede realizarse con un aclarado en un baño acuoso, es más económico y proporciona un aclarado adecuado de cualquier exceso de ácido en un molde recubierto de goma.

El recubrimiento del artículo formado, tal como un guante, puede comprender la aplicación de un material de
 50 recubrimiento, tal como una formulación que comprende la emulsión de copolímero descrita anteriormente. En algunas realizaciones, la temperatura del molde del guante puede ajustarse antes de la aplicación del material de recubrimiento. En algunas realizaciones, el molde del guante se lleva a una temperatura de preferentemente 20 °C a 60 °C, más preferentemente de 30 °C a 50 °C y mucho más preferentemente de 35 °C a 45 °C. En algunas
 55 realizaciones, el molde del guante se lleva a estas temperaturas inmediatamente antes de la aplicación del material de recubrimiento. En algunas realizaciones, el material de recubrimiento se aplica al guante sobre el molde del guante sumergiendo el molde, con el guante sobre el mismo, en el material de recubrimiento. Como alternativa, el material de recubrimiento puede pulverizarse sobre el guante sobre el molde del guante. En algunas realizaciones, el guante se sumerge en el material de recubrimiento durante un período de tiempo. En algunas realizaciones, el
 60 período de tiempo es preferentemente de 2 a 120 segundos, más preferentemente de 5 a 90 segundos, incluso más preferentemente de 10 segundos a 60 segundos y mucho más preferentemente de 15 a 25 segundos. En algunas realizaciones, el material de recubrimiento se mantiene en un intervalo de temperaturas durante la aplicación, preferentemente entre 15 °C y 75 °C, más preferentemente entre 20 °C y 60 °C, incluso más preferentemente entre 25 °C y 50 °C y mucho más preferentemente entre 30 °C y 40 °C. Puesto que el guante sobre el molde se calienta antes de sumergirlo o recubrirlo con la emulsión de polímero, la temperatura del guante puede llegar a ser bastante
 65 alta. Esto puede hacer que la temperatura de la composición de recubrimiento aumente, por tanto, puede ser

necesario enfriar la composición de recubrimiento durante la inmersión para evitar o minimizar el aumento de la temperatura de la composición de recubrimiento.

Después de la aplicación del material de recubrimiento, el guante recubierto de emulsión puede curarse, por ejemplo, calentando en un horno. En algunas realizaciones, el curado se produce con parámetros de calentamiento prefijados durante un período de tiempo, preferentemente de 5 minutos a 120 minutos, más preferentemente de 10 minutos a 90 minutos, incluso más preferentemente de 15 a 60 minutos y mucho más preferentemente de 20 a 40 minutos. En algunas realizaciones, el flujo de aire en el horno se controla, por ejemplo, para retirar la humedad excesiva. A diferencia de los procesos conocidos en la técnica, en los que se requiere que la etapa de curado ocurra a temperaturas más bajas, el proceso que se describe en el presente documento puede comprender una etapa de curado que ocurre a temperaturas más altas. Esto proporciona una ventaja, puesto que el uso de temperaturas más altas en el proceso de curado puede permitir el uso de un tiempo de curado más corto. Además, en algunas realizaciones, el uso de temperaturas más altas permite una reticulación mejorada y óptima tanto para el artículo, tal como un guante de látex, como para el material de recubrimiento, que puede proporcionar las propiedades físicas y la adhesión deseadas. En algunas realizaciones, el proceso de curado ocurre a una temperatura de entre 100 °C a 160 °C, más preferentemente de 120 °C a 150 °C y mucho más preferentemente de 135 °C a 145 °C. En realizaciones preferidas, el proceso de curado ocurre a una temperatura de 135 °C a 145 °C y el tiempo de curado es de 20 a 40 minutos. la presente es una mejora con respecto a otros procesos en la técnica, en los que el tiempo de curado puede ser mucho más largo, normalmente dos o más veces.

Después de la etapa de curado, los guantes recubiertos de emulsión pueden tratarse adicionalmente mediante cualquier método conocido en la técnica. Por ejemplo, en algunas realizaciones, los guantes recubiertos de emulsión pueden someterse a un proceso de lixiviación posterior al curado en el que el molde que contiene el guante recubierto de emulsión se sumerge en una solución de lixiviación y se aclara. En algunas realizaciones, el guante recubierto de emulsión puede sumergirse después en un líquido adicional, tal como una suspensión que comprende sílicona y/o carbonato de calcio. En algunos procesos, puede realizarse una cloración en la que el guante recubierto puede lavarse en agua clorada. Con el fin de clorar el lado de colocación, que normalmente puede estar en el interior del guante después de retirarlo del molde, se requiere un proceso de dar la vuelta al guante en el que el guante se da la vuelta del revés, de manera que el lado de colocación esté en el exterior y el lado del paciente esté en el interior. Uno o ambos del lado donante y el lado del paciente pueden ser clorados. La etapa de cloración puede retirar cualquier recubrimiento de liberación por inmersión, tal como carbonato de calcio, que se puede haber aplicado antes de moldear el látex para ayudar a retirar el guante del molde. Además, el proceso de cloración puede crear una superficie rugosa sobre el guante y/o endurecer el látex en algunos casos. El guante puede someterse a un tratamiento adicional, tal como un agente lubricante. Los ejemplos de agentes lubricantes incluyen sales de sílicona y amonio de fosfato de alquilo y cloruro de cetilpiridinio (CPC).

En una realización de ejemplo, puede prepararse un guante realizando las siguientes etapas, en las que algunas realizaciones pueden realizarse en el orden de ejemplo proporcionado:

- 40 ■ Limpieza del molde del guante con un ácido adecuado (seguido de un aclarado opcional);
- Inmersión coagulante (por ejemplo, nitrato de calcio), a una temperatura de aproximadamente 52 a aproximadamente 59 °C;
- 45 ■ Secado en horno (con aire caliente) a una temperatura de aproximadamente 133 °C a aproximadamente 205 °C;
- Inmersión en látex;
- Secado en horno (con aire caliente) a una temperatura de aproximadamente 139 °C a aproximadamente 163 °C;
- 50 ■ Lixiviación de precurado en calentar a una temperatura de aproximadamente 55 °C a aproximadamente 73 °C;
- Secado al aire;
- 55 ■ Imprimación ácida;
- Aclarado con agua;
- Recubrimiento de emulsión de copolímero por inmersión;
- 60 ■ Curado a 100 °C a 160 °C;
- Lixiviación posterior al curado a una temperatura de 51 °C a 75 °C y aclarado;

- Inmersión en suspensión con carbonato de calcio o silicona (del 0,2 a 0,8 %);
- Secado final a aproximadamente 108 °C a 118 °C;
- 5 ■ Desmontaje del guante (retirada del guante del molde);
- Se da la vuelta en seco
- 10 ■ Cloración (por ejemplo, aproximadamente 100 ppm de concentración de cloro);
- Lubricación usando un lubricante adecuado, tal como sal de amonio de silicona de fosfato de alquilo y cloruro de cetilpiridinio (CPC);
- 15 ■ Primer secado;
- Se da la vuelta en húmedo y
- Secado final.

20 El método anterior describe una realización de ejemplo y un experto en la materia apreciará que pueden omitirse algunas etapas y/o pueden emplearse etapas adicionales y/o alternativos en realizaciones alternativas. A modo de ejemplo y sin limitación, después de limpiar el molde del guante con ácido y aclarar, el molde también puede sumergirse en un baño alcalino para neutralizar el ácido y después aclararse con agua. En algunas realizaciones, el molde del guante puede cepillarse para garantizar una superficie lisa en el molde del guante. Además, pueden realizarse ensayos de calidad en un guante fabricado para detectar posibles defectos, tales como ensayos de aire (en los que el guante se infla con aire) y/o ensayos de agua (en los que el guante se llena con agua).

30 La cantidad de recubrimiento aplicado a un sustrato, tal como un guante, puede variar dependiendo de las características del sustrato, las características que se desean transmitir al sustrato y el recubrimiento particular empleado. En algunas realizaciones, puede desearse aplicar la menor cantidad de recubrimiento necesaria para obtener el resultado deseado. En algunas realizaciones, los pesos de recubrimiento aplicados pueden, dependiendo del recubrimiento y el uso previsto, oscilar entre 0,1 y 100 g/m². Para algunas realizaciones sensibles a la presión, la cantidad puede estar en el intervalo de 15 g/m² a 45 g/m² en algunas realizaciones. Otras cantidades de recubrimiento pueden ser apropiadas dependiendo del proceso particular y las características deseadas del artículo que se fabrica.

40 Como se establece en la siguiente tabla, se recopilaron datos adicionales para determinadas muestras aplicadas durante un proceso de fabricación de guantes. Al igual que con los datos anteriores, estos datos también muestran que las emulsiones como se desvelan en el presente documento generalmente proporcionan características mejoradas en comparación con los recubrimientos a base de agua. Estos recubrimientos en emulsión también proporcionan ventajas ambientales sobre los recubrimientos a base de disolventes.

Tabla 28

Muestra	Base de polímero	Componentes monoméricos	Cymel 373 (%)	Carbodilita (%)	Nivel formado de en condiciones de recubrimiento de guantes	Nivel clorado de en condiciones de recubrimiento de guantes	GDF (Seco)				
							Cio/Lub en el lado de colocación		Cio/Lub en el lado del paciente		
							Estática	Cinética	Estática	Cinética	
Muestra 19 (Inmersión en placa) (sin imprimación ácida)	Emulsión	75 HEMA 11 EHA 11 MMA 3 MAA	2	-	No adhesivo, fácil de separar	El recubrimiento no se descama	0,22	0,11	0,32	0,18	
			5	-	No adhesivo, fácil de separar	El recubrimiento no se descama	0,17	0,06	0,20	0,09	
			8	-	No adhesivo, fácil de separar	Descamación del recubrimiento menor	0,13	0,06	0,17	0,04	
			-	2	No adhesivo, fácil de separar	Adhesivo. El recubrimiento no se descama	0,64	0,29	0,52	0,13	
			-	5	No adhesivo, fácil de separar	Adhesivo. El recubrimiento no se descama	1,13	0,61	0,91	0,37	
			-	8	No adhesivo, fácil de separar	Adhesivo. El recubrimiento no se descama	0,73	0,28	1,15	0,44	
Muestra 19 (inmersión del molde)	Emulsión	75 de HEMA 11 EHA 11 MMA 3 MAA	5 (sin ácido)	-	No adhesivo, fácil de separar	El recubrimiento se descama	0,33	0,16	0,17	0,16	
			5 (con ácido)	-	No adhesivo, fácil de separar	El recubrimiento se descama	0,23	0,08	0,04	0,05	
Muestra 5 (inmersión del molde)	Agua	97 HEMA 3 MA	2	-	Adhesivo	No se puede proceder con la cloración					
			5	-	No es adhesivo, difícil de separar. El recubrimiento no se descama	El recubrimiento no se descama	0,83	0,37	Muy poco adhesivo después de la cloración		

(continuación)

Muestra	Base de polímero	Componentes monoméricos	Cymel 373 (%)	Carbodiilita (%)	Nivel formado de en condiciones de recubrimiento de guantes	Nivel clorado de en condiciones de recubrimiento de guantes	CDF (Seco)			
							Cio/Lub en el lado de colocación		Cio/Lub en el lado del paciente	
							Estática	Cinética	Estática	Cinética
Muestra 17 (Moideo por inmersión)	Emulsión	75 HEMA 22 LM 3 MAA	2	-	Adhesivo	No puede procederse con la cloración	-	-	-	-
			5	-	No adhesivo, difícil de separar	El recubrimiento no se descama	0,29	0,20	0,32	0,32
			8 (sin ácido)	-	No adhesivo, OK para separar	El recubrimiento no se descama	0,31	0,22	0,12	0,08
			8 (con ácido)	-	No adhesivo, OK para separar	El recubrimiento no se descama	-	-	0,11	0,12

También se obtuvieron propiedades físicas para la Muestra 19 aplicada a una película usando inmersión en moldes y usando Cymel 373 al 5 % (que es un agente de reticulación de resina de melamina-formaldehído hidrosoluble que está disponible en Cytec Industries de Woodland Park, Nueva Jersey), como se muestra a continuación en las Tablas 29 y 30.

5

Tabla 29

Procesamiento de	Cio/Lub en el lado de colocación		Cio/Lub en el lado del paciente	
	Sin ácido	Con ácido	Sin ácido	Con ácido
Sin envejecer				
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	283	250	252	280
Módulo 300 % (kg/cm ²)	17	14	15	16
Módulo 500 % (kg/cm ²)	47	31	31	36
Alargamiento de rotura (%)	845	924	806	845
Envejecimiento a 70 °C durante 7 días				
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	227	131	275	212
Módulo 300 % (kg/cm ²)	10	7	12	8
Módulo 500 % (kg/cm ²)	18	13	24	17
Alargamiento de rotura (%)	1022	1002	924	1042

Tabla 30

Muestra 19		
Agente de reticulación	Dureza (GPa)	Módulo reducido (GPa)
Polycup - 2 %	0,099	2,712
Carbodilite E02 - 2 %	0,077	2,097
Carbodilite E02 - 5 %	0,064	1,932
Carbodilite E02 - 8 %	0,081	2,954
Cymel 373 - 2 %	0,074	2,133
Cymel 373 - 5 %	0,080	2,349
Cymel 373 - 8 %	0,075	2,199

10 También se obtuvieron imágenes de microscopía electrónica de barrido y datos de ángulo de contacto para la Muestra 19 (emulsión) aplicada a un guante en el lado de colocación usando inmersión en molde con Cymel 373 al 5 % como agente de reticulación. En particular, la Fig. 8A muestra una imagen del lado del paciente de un guante sin lubricación, sin imprimación ácida y con un con nivel de cloro aplicado durante la cloración y la Fig. 9A proporciona un gráfico de datos de ángulo de contacto del guante. La Fig. 8B proporciona una imagen de un guante con los mismos parámetros excepto porque se usa imprimación ácida y la Fig. 9B muestra los datos de ángulo de contacto para el guante de la Fig. 8B. Las Fig. 10A y 11A proporcionan una imagen y datos de ángulo de contacto, respectivamente, del lado de colocación del guante de las Figs. 8A y 9A después de darle la vuelta al guante, pero con un alto contenido de cloro en el lado de colocación durante la cloración. Del mismo modo, las Fig. 10B y 11B proporcionan, respectivamente, datos de imagen y ángulo de contacto, respectivamente, para el lado de colocación del guante de las Figs. 8B y 9B después de darle la vuelta al guante y aplicar cloro alto al lado de colocación.

Los datos del ángulo de contacto anterior se recopilaron colando la película sobre una superficie dura y no porosa y después colocando una gota de agua sobre la película fundida. Después se midió el ángulo de contacto de la gota de agua, que es el arco interior desde la superficie de la película hasta la superficie exterior de la gota. En general, un ángulo de contacto inferior representa una mayor capacidad de humectación de la película.

Se muestran imágenes de microscopio electrónico de barrido para la Muestra 17 (emulsión) aplicada a un guante usando Cymel 373 8 % y un proceso de inmersión en el molde en las Fig. 12A (muestra el lado del paciente con bajo nivel de cloro, sin lubricación, sin darle la vuelta a los guantes y sin imprimación ácida) y 12B (muestra el lado del paciente con bajo nivel de cloro, sin lubricación, sin darle la vuelta a los guantes y con imprimación ácida) y la Fig. 12C (que muestra el lado de colocación con alto contenido de cloro, sin lubricación, sin darle la vuelta a los guantes y sin imprimación ácida). Además, las imágenes de la Muestra 17 aplicadas a un guante con Cymel 373 al 5 % y un proceso de inmersión en el molde se muestran en la Fig. 13A (que muestra el lado del paciente con bajo contenido de cloro, sin lubricación, sin darle la vuelta a los guantes y sin imprimación ácida) y la Fig. 13B (muestra el lado de colocación con alto contenido de cloro, sin lubricación, con habiéndoles dado la vuelta a los guantes y sin imprimación ácida). Finalmente, las imágenes para la muestra 5 (a base de agua) aplicadas a un guante con Cymel 373 al 5 % y un proceso de inmersión en el molde se muestran en la Fig. 14 (que muestra el lado del paciente con bajo contenido de cloro, sin lubricación, sin darles la vuelta a los guantes y sin imprimación ácida). Estas figuras muestran nuevamente un rendimiento comparable, si no mejorado, de las emulsiones que se desvelan en el presente documento, que proporcionan una aplicación generalmente suave con un mínimo de agrietamiento, en

40

comparación con los recubrimientos a base de agua.

En algunas aplicaciones de recubrimientos de artículos, puede producirse descamación indeseable del recubrimiento. En algunas realizaciones, la descamación puede disminuirse incluyendo un monómero "más blando" en la alimentación de monómeros y/o la alimentación de preemulsión, en las que el monómero más blando tiene una temperatura de transición vítrea ("Tv") relativamente más baja que al menos otro monómero presente en la alimentación. Por ejemplo, una alimentación de monómeros puede incluir uno o más monómeros que tengan una temperatura de transición vítrea ("Tv") relativamente más alta y uno o más de otros monómeros que tengan una Tv relativamente más baja. A modo de ejemplo, una alimentación de monómeros en algunas realizaciones puede comprender metacrilato de 2-hidroxiethyl, que tiene una Tv en el intervalo de 50 °C a 80 °C y acrilato de 4-hidroxibutilo "más blando", que tiene una Tv de -30 °. La inclusión del monómero "más blando", tal como acrilato de 4-hidroxibutilo, puede ayudar a reducir la descamación en algunos recubrimientos. Además, o como alternativa, una alimentación de preemulsión puede incluir un monómero que tiene una Tv más baja que uno o más monómeros en un esfuerzo por "ablandar" el recubrimiento y potencialmente reducir la descamación. Por ejemplo, una alimentación de preemulsión puede incluir uno o más monómeros que tengan una temperatura de transición vítrea ("Tv") relativamente más alta y uno o más otros monómeros que tengan una Tv relativamente más baja. A modo de ejemplo, una alimentación de preemulsión en algunas realizaciones puede comprender acrilato de 2-etilhexilo, que tiene una Tv en el intervalo de -50 °C. La inclusión de un monómero "más blando", tal como acrilato de 2-etilhexilo, puede ayudar a reducir la descamación en algunos recubrimientos. A modo de ejemplo adicional, una alimentación de preemulsión puede incluir metacrilato de metilo, que tiene una Tv en el intervalo de 100 °C y el monómero "más blando" de acrilato de 2-etilhexilo, que tiene una Tv en el intervalo de -50 °C a -70 °C. Las relaciones de dichos monómeros pueden ajustarse para obtener una característica deseada en un recubrimiento.

Se realizaron ensayos adicionales, incluyendo la observación de descamación, en películas de látex recubiertas con la Muestra 19. Se realizaron ensayos comparativos usando el control mencionado anteriormente, que es un recubrimiento a base de disolvente que se sabe que tiene características adecuadas para aplicaciones de recubrimiento de guantes. El ensayo adicional se realizó usando los siguientes procedimientos:

1. El copolímero a base de emulsión de la Muestra 19 se diluyó con agua desionizada ("DI") hasta un 3,5-4,0 % del contenido de sólidos total ("CST").
2. Se añadió un 3,5-4,0 % del agente de reticulación Cymel 373 a la emulsión de la Muestra 19 basándose en el peso seco del agente de reticulación con respecto al peso seco del copolímero.
3. La solución de polímero se llevó a una temperatura de aproximadamente 34 °C.
4. La solución de polímero se recubrió con una película de látex, calentándose la película de látex a una temperatura de aproximadamente 40-45 °C antes del proceso de recubrimiento y después de la lixiviación.
5. Después del recubrimiento, el molde sobre el que se aplicó la película se giró en el horno para garantizar un recubrimiento uniforme sobre la película.
6. La película recubierta se curó después a 140 °C durante 30 minutos.
7. La película recubierta se cloró después en el lado de la colocación y/o del paciente para retirar cualquier polvo con una concentración de cloro de aproximadamente 80 ppm.

Sobre la base de los procedimientos de ensayo anteriores, se obtuvieron los siguientes resultados, en los que el grado de descamación del recubrimiento se evaluó en una escala de 1 a 5, 1 indicando la descamación más baja y 5 indicando la descamación más alta:

45

Tabla 31

Muestra	Muestra 19			Muestra 19			Muestra 19			Control		
	4,0			4,0			3,5			4,0		
CST (%) del Recubrimiento	4,0			4,0			3,5			4,0		
Cymel 373 (%)	4,0			3,5			3,5			NA		
Coeficiente de fricción (CDF)	Colocación en la Palma			Colocación en el dedo			Colocación en la Palma			Colocación en el dedo		
	Estática	Cinética	Estática	Estática	Cinética	Estática	Estática	Cinética	Estática	Cinética	Estática	Cinética
Muestra	0,04	0,04	0,09	0,04	0,06	0,08	0,09	0,09	0,08	0,08	0,05	0,07
Promedio	0,01	0,01	0,07	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,08	0,08	0,04	0,04
Desviación típica	0,01	0,01	0,09	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,08	0,08	0,04	0,04
Propiedades físicas de los guantes clorados (no envejecido)												
Resistencia de tracción (kg/cm ²)	280			281			273			267		
Tensión 300 % (kg/cm ²)	17			15			15			17		
Tensión 500 % (kg/cm ²)	49			38			37			46		
Alargamiento de rotura %	845			885			845			845		
Contenido de polvo												
Contenido de polvo (mg/película)	No sometido a ensayo			1,22			1,56			0,60		
Observaciones												
Uniformidad del recubrimiento	Bueno			Bueno			Bueno			Excelente		
* grado de descamación del recubrimiento	4			4			3			1		

Después de la revisión de las muestras analizadas anteriormente, se observaron una reducción de la descamación y una mejor uniformidad de recubrimiento con un recubrimiento que tiene un menor contenido/concentración de sólidos totales y menor contenido de Cymel. Además, también se observó que el aumento de las temperaturas del recubrimiento y la película y la rotación del molde a una temperatura constante mejoran la uniformidad del recubrimiento y reducen la descamación. La Fig. 15A muestra una imagen de microscopio electrónico de barrido de una película recubierta con la Muestra 19 que tiene un contenido de sólidos total del 3,5 % y un 3,5 % de Cymel y la Fig. 15B muestra una imagen de microscopio electrónico de barrido de una película recubierta con la Muestra 19 que tiene un contenido de sólidos total del 4 % y un 3,5 % de Cymel. La Figura 15C muestra una imagen de microscopio electrónico de barrido de una película recubierta con la muestra de control. Cada una de estas imágenes es del lado del paciente de la película y el ensayo empleó baja cloración, ninguna lubricación y ningún proceso de darle la vuelta durante el proceso de recubrimiento.

La siguiente tabla muestra los resultados de experimentos adicionales realizados sobre emulsiones de polímero que contienen HEMA/EHA/MMA/MAA (75/11/11/3), para las muestras H-J, pero usando un guante que se pretrata antes de recubrir con la emulsión. En estos ejemplos, el pretratamiento comprendía una etapa de imprimación ácida que comprendía una etapa de imprimación con HCl o una etapa de imprimación con sulfato de aluminio en la que el guante se sumergía en la solución respectiva antes de recubrir con la emulsión de polímero y se secaba. El ensayo adicional se realizó usando los siguientes procedimientos:

1. El copolímero a base de emulsión de la Muestra 19 se diluyó con agua desionizada ("DI") hasta un 3,5-4,0 % del contenido de sólidos total ("CST").
2. Se añadió aproximadamente el 3,5 % del agente de reticulación Cymel 373 a la emulsión de la Muestra 19 basándose en el peso seco del agente de reticulación con respecto al peso seco del copolímero.
3. La solución de polímero se enfrió y se mantuvo a aproximadamente 34 °C.
4. Antes de la aplicación del recubrimiento de polímero, la película de látex, es decir, la muestra de guante, se sumergió en una solución de imprimación ácida con HCl o en una solución de sulfato de aluminio o ninguna, como se indica en la tabla a continuación y se secó en el horno a 100 °C a 150 °C durante 1 a 2 minutos. La muestra H se pretrató con sulfato de aluminio, la muestra I se pretrató con una solución de imprimación de HCl y la muestra J no se pretrató.
5. La solución de polímero se aplicó como recubrimiento después sobre la película de látex usando un proceso de inmersión, calentándose la película de látex hasta una temperatura de aproximadamente 40 °C-45 °C antes del proceso de recubrimiento.
6. Después del recubrimiento, el molde sobre el que se aplicó la película se giró en el horno para garantizar un recubrimiento uniforme de la película.
7. La película recubierta se curó después a 140 °C durante 30 minutos.
8. La película recubierta se cloró después en el lado de la colocación y/o del paciente para retirar cualquier polvo con una concentración de cloro de aproximadamente 80 ppm.
9. Después, los guantes se sometieron a ensayo como se indica en la tabla a continuación. Las muestras envejecidas se envejecieron usando un proceso de envejecimiento acelerado por calor, como se especifica en el método ASTM D-412, en el que los guantes envejecidos se colocaron en un horno durante 7 días a aproximadamente 70 °C. Las muestras no procesadas se analizaron sin realizar dicho proceso de envejecimiento por tratamiento térmico.

Se obtuvieron los siguientes resultados del ensayo, como se indica a continuación en la Tabla 32.

Tabla 32

Tipo de recubrimiento	H	I	J
Tipo de pretratamiento	Sulfato de aluminio	HCl	Ninguno
Concentración del pretratamiento (%)	3	4,5	N/A
Propiedades físicas de los guantes estériles (sin envejecer)			
Resistencia a la tracción (kg)/cm ²	289	250	283
Tensión 300 % (kg/cm ²)	11	14	17
Tensión 500 % (kg/cm ²)	25	31	47
Alargamiento de rotura %	924	924	845
Propiedades físicas de los guantes estériles (envejecidos)			
Resistencia a la tracción (kg)/cm ²	287	131	227
Tensión 300 % (kg/cm ²)	12	7	10
Tensión 500 % (kg/cm ²)	29	13	18
Alargamiento de rotura %	943	1002	1022

A partir de los resultados anteriores de la Tabla 32, ambas muestras H e I presentaron resultados satisfactorios para guantes sin maduración, presentando la muestra H (guante pretratado con sulfato de aluminio) resultados de resistencia a la tracción ligeramente mejores. Sin embargo, los guantes tratados con sulfato de aluminio, Muestra H,

mantuvieron mejores valores de resistencia a la tracción tras el envejecimiento que los guantes tratados con imprimación ácida (Muestra I) y que la muestra que no se pretrató (Muestra J). De acuerdo con la norma ASTM D-412, el requisito de resistencia a la tracción envejecida para un guante es de al menos 185 kg/cm². Por tanto, los guantes envejecidos pretratados con HCl estaban por debajo de este valor. El guante envejecido pretratado con sulfato de aluminio (muestra H) generalmente presentó valores mejores en general con valores de resistencia a la tracción y valores de tensión más altos.

En la Tabla 33 a continuación, se realizaron experimentos adicionales en la Muestra 19, con los guantes pretratados antes del recubrimiento con la emulsión en una etapa de imprimación con sulfato de aluminio. Estas muestras se designan como Muestras K-L. Los ensayos adicionales se realizaron usando los siguientes procedimientos:

1. Las muestras de copolímero a base de emulsión se diluyeron con agua desionizada ("DI") hasta aproximadamente el 3,5 % del contenido de sólidos total ("CST"). Ambas muestras, K y L, contenían una concentración de HEMA/EHA/MMA/MAA de 75/11/11/3; sin embargo, la diferencia entre estas dos muestras es cómo se estabilizaron los recubrimientos de copolímero a base de emulsión. La muestra K utilizó KOH para estabilizar el recubrimiento, mientras que la muestra O utilizó hidróxido de amonio para estabilizar el recubrimiento.

2. Aproximadamente el 3,5 % del agente de reticulación, el modelo 373, se añadió a cada una de las muestras K-L basándose en el peso seco del agente de reticulación con respecto al peso seco del copolímero.

3. La solución de polímero se enfrió y se mantuvo a aproximadamente 34 °C.

4. Antes de la aplicación del recubrimiento de polímero, la película de látex, es decir, la muestra de guante se sumergió en una solución de sulfato de aluminio, como se indica en la Tabla a continuación, y se secó en el horno a 100 °C a 150 °C durante 1 a 2 minutos.

5. La solución de polímero se recubrió después sobre la película de látex, calentándose la película de látex hasta una temperatura de aproximadamente 40 °C a 45 °C antes del proceso de recubrimiento.

6. Después del recubrimiento, el molde sobre el que se aplicó la película se giró en el horno para garantizar un recubrimiento uniforme de la película.

7. La película recubierta se curó después a 140 °C durante 30 minutos.

8. La película recubierta se cloró después en el lado de la colocación y/o del paciente para retirar cualquier polvo con una concentración de cloro de aproximadamente 80 ppm.

Tabla 33

Recubrimiento	Muestra K	Muestra L
HEMA	75	75
EHA	11	11
MMA	11	11
MAA	3	3
CST de Recubrimiento (%)	3,5	3,5
Cymel 373 (%)	3,5	3,5
Agente de imprimación	Sulfato de aluminio	Sulfato de aluminio
Conc de imprimación (%)	1,5	1,5
Propiedades físicas de los guantes estériles (sin envejecer)		
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	289	296
Tensión 300 % (kg/cm ²)	11	11
Tensión 500 % (kg/cm ²)	25	30
Alargamiento de rotura %	924	884
Propiedades físicas de los guantes estériles (envejecidos)		
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	287	290
Tensión 300 % (kg/cm ²)	12	13
Tensión 500 % (kg/cm ²)	29	25
Alargamiento de rotura %		
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	943	924

(continuación)

Recubrimiento	Muestra K	Muestra L
Contenido de polvo (mg/guante)	1,82	1,90
Observaciones		
Sedimentación de recubrimiento	No	No
Adhesivo interno durante el procesamiento.	Ligeramente	Sí
Colocación en seco	Buena	Buena

5 En general, ambas Muestras K y L tuvieron resultados similares, ambas tuvieron resultados favorables tanto para los guantes envejecidos como sin envejecer, pero con una colocación buena. La única diferencia que se observó durante el procesamiento fue que se observó una ligera adherencia en la Muestra K, mientras que en la Muestra L se observó una mayor adherencia.

10 La composición y el proceso que se desvelan en el presente documento pueden incluir adicionalmente artículos que se han recubierto con una emulsión polimérica del tipo que se describe en el presente documento y métodos para fabricar dichos artículos. En algunos casos, dichos artículos incluyen goma natural, goma sintética o látex, tales como, sin limitación, guantes quirúrgicos, guantes de examen médico, guantes industriales, profilácticos, catéteres, globos, tubos, láminas, otros artículos elastoméricos y artículos similares. Como se ha indicado anteriormente, los guantes de goma o látex pueden requerir la capacidad de ponerse, es decir, la capacidad de deslizar un guante sobre y fuera de la superficie de la piel, con una fricción mínima. Como tal, un recubrimiento de guante flexible y no adhesivo aplicado al interior de un guante puede ser útil para permitir la colocación, húmeda o seca, del guante con un bloqueo mínimo y sin fricción o enganche indebidos. Los ejemplos anteriores indican la idoneidad de las emulsiones que se desvelan en el presente documento para estos fines.

20 Además, como lo demuestran los resultados de los ensayos que se presentan en el presente documento, determinadas emulsiones que se desvelan en el presente documento proporcionan coeficientes en seco de fricción estática y cinética en comparación con los recubrimientos hidrosolubles. Estos coeficientes de fricción reducidos son deseables en muchas aplicaciones, tales como los guantes quirúrgicos y de examen que requieren capacidades de colocación. Además, los ejemplos de emulsión que se muestran en el presente documento proporcionan una adherencia y/o pegajosidad reducidas, en particular en comparación con los recubrimientos a base de agua. La menor adherencia y pegajosidad también son características deseables para las aplicaciones de guantes. Por referencias, la adherencia puede usarse para referirse a la adherencia de un artículo a sí mismo o a un artículo idéntico, mientras que la pegajosidad puede usarse para referirse a la adherencia de un artículo a otro material. Estas características ofrecidas por las realizaciones que se desvelan en el presente documento pueden aliviar beneficiosamente la necesidad de usar polvo u otros materiales lubricantes con los guantes.

30 A modo de ejemplos adicionales y sin limitación, el recubrimiento de emulsión preparado de acuerdo con los métodos que se desvelan en el presente documento puede ser adecuado para la preparación y el uso como películas elastoméricas, adhesivos sensibles a la presión, recubrimientos, hidrogeles y composiciones para aplicaciones tópicas para la piel como tales cremas, lociones, pomadas, geles, aerosoles, pulverizaciones, composiciones cosméticas, desodorantes y repelentes de insectos. Dichos usos pueden incluir películas médicas, vendas, cintas, vendajes para el cuidado de heridas, apósitos quirúrgicos, vendajes para sitios de ostomía, como vehículo de sistemas de entrega de fármacos por vía transdérmica y como vehículo de sistemas de entrega de fármacos de membrana mucosa.

40 Un experto en la materia apreciará fácilmente que los recubrimientos de emulsión que se desvelan en el presente documento pueden aplicarse a artículos mediante cualquier método o proceso convencional. Estos métodos de aplicación pueden incluir, por ejemplo, inmersión, recubrimiento con matriz, recubrimiento con rodillo, recubrimiento con rodillo inverso, recubrimiento por huecograbado, recubrimiento por huecograbado inverso, recubrimiento por huecograbado con desplazamiento, recubrimiento con varilla Mayer o varilla enrollada con alambre, pulverización, cepillado y similares. Los polímeros y copolímeros que se desvelan en el presente documento pueden calentarse o enfriarse para facilitar el proceso de recubrimiento y para alterar la profundidad o penetración en el sustrato.

50 Los expertos en la materia pueden poner en práctica estas y otras modificaciones y variaciones sin apartarse del espíritu y alcance de la composición y el proceso que se desvelan en el presente documento, que se exponen más en particular en las reivindicaciones adjuntas. Además, debe entenderse que los aspectos de las diversas realizaciones pueden intercambiarse en su totalidad o en parte. Además, los expertos en la materia apreciarán que la divulgación anterior es solo a modo de ejemplo y no tiene por objeto limitar la divulgación en el presente documento como se describe adicionalmente en dichas reivindicaciones adjuntas. Por tanto, el espíritu y el alcance de las reivindicaciones adjuntas no deben limitarse a la descripción de ejemplo de las versiones contenidas en el presente documento.

55

REIVINDICACIONES

1. Un método para la preparación de una emulsión de copolímero, que comprende:

5 combinar simultáneamente una alimentación de monómeros y una alimentación de preemulsión para formar una emulsión, en donde la alimentación de monómeros comprende al menos un 50 % en peso de monómero hidrosoluble basado en el peso de monómero total de la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión, y la alimentación de preemulsión comprende al menos un 10 % en peso de monómero no hidrosoluble basado en el peso de monómero total de la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión, y en donde la alimentación de preemulsión también contiene un monómero hidrosoluble;

10 en donde el monómero no hidrosoluble comprende una mezcla de al menos dos o más monómeros insolubles seleccionados entre el grupo que consiste en acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de propilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de metilo, metacrilato de laurilo, metacrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de trifluoroetilo, acrilato de isooctilo, acrilato de isodecilo, metacrilato de dimetilaminoetilo.

15 2. El método de la reivindicación 1, en el que el monómero hidrosoluble de la alimentación de monómeros comprende del 50 % al 97 % del peso de monómero total, preferentemente al menos un 60 % del peso de monómero total, más preferentemente al menos un 75 % del peso de monómero total.

20 3. El método de la reivindicación 1, en el que el monómero no hidrosoluble comprende al menos un 15 % del peso de monómero total, preferentemente al menos un 25 % del peso de monómero total.

4. El método de la reivindicación 1, en el que la mezcla de monómeros se mantiene a una temperatura de entre 50 °C y 60 °C, preferentemente a una temperatura de 55 °C.

25 5. El método de la reivindicación 1, en el que la mezcla de monómeros se mantiene a un pH de o superior a 6,0, preferentemente a un pH de entre 6,0 y 7,0.

30 6. El método de la reivindicación 1, en el que la alimentación de monómeros comprende adicionalmente agua desionizada y la alimentación de preemulsión comprende adicionalmente agua desionizada, un tensioactivo y un estabilizador.

7. El método de la reivindicación 6, en el que el tensioactivo es lauril éter sulfato de sodio y el estabilizador es alcohol polivinílico.

35 8. El método de las reivindicaciones 1, 6 o 7, en el que el monómero hidrosoluble de la alimentación de monómeros comprende metacrilato de 2-hidroxietilo.

40 9. El método de las reivindicaciones 1, 6 o 7, en el que el monómero no hidrosoluble de la alimentación de preemulsión comprende acrilato de 2-etilhexilo.

10. El método de la reivindicación 1, en el que la alimentación de preemulsión comprende acrilato de 2-etilhexilo y ácido metacrílico.

45 11. El método de la reivindicación 10, en el que el ácido metacrílico es el 3 % del peso total de los monómeros utilizados en el método.

12. El método de la reivindicación 1, en donde el método comprende las etapas adicionales de:

50 introducir en un reactor y agitar una carga inicial que comprende un estabilizador, un tensioactivo, un iniciador y agua desionizada;

mantener el contenido en el reactor a una temperatura de 55 °C y un pH por encima de 6,0;

introducir el 6 % de la alimentación de monómeros y el 6 % de la alimentación de preemulsión en el reactor y mantener la temperatura y el pH en el reactor durante diez minutos;

55 introducir una alimentación de activador en el reactor a una velocidad tal que el contenido de la alimentación de activador se agotare simultáneamente con o después del agotamiento de la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión, en donde la alimentación de activador comprende agua desionizada e hidroximetanosulfonato de sodio;

60 introducir la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión en el reactor a una velocidad constante durante un lapso de 4,5 horas; y

después de que la alimentación de monómeros, la alimentación de preemulsión y la alimentación de activador se hayan introducido completamente en el reactor, introducir una alimentación en el reactor que comprende un segundo iniciador y mantener la temperatura y el pH en el reactor durante una hora para formar una polimerización completa.

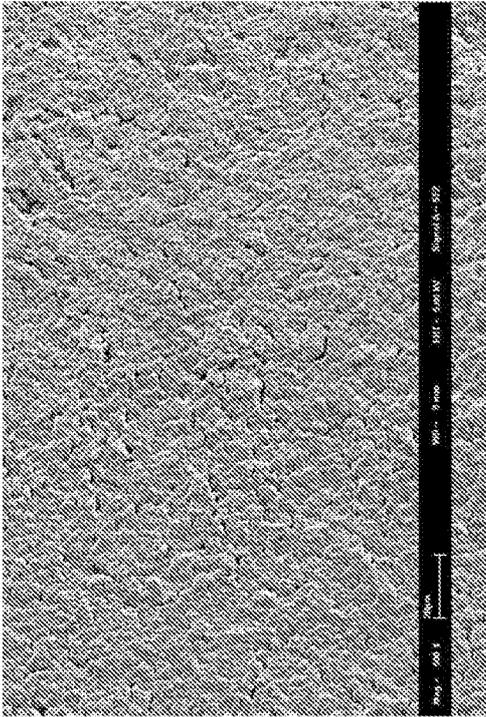
65

13. El método para la preparación de una emulsión de copolímero de la reivindicación 12, que comprende:

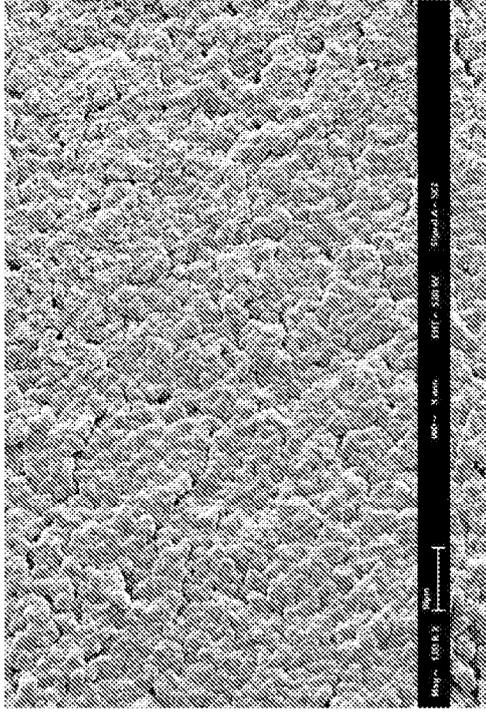
5 combinar simultáneamente una alimentación de monómeros y una alimentación de preemulsión para formar una emulsión, en donde la alimentación de monómeros comprende un 75 % en peso de monómero hidrosoluble basado en el peso de monómero total de la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión, y la alimentación de preemulsión comprende al menos un 3 % en peso de monómero no hidrosoluble basado en el peso de monómero total de la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión.

10 14. El método de la reivindicación 13, en el que la alimentación de preemulsión comprende entre el 9 % y el 19 % en peso de acrilato de 2-etilhexilo, entre el 1,5 % y el 6 % en peso de ácido metacrílico y entre el 3 % y el 12 % en peso de metacrilato de metilo, en donde dichos porcentajes se basan en el peso de monómero total de la alimentación de monómeros y la alimentación de preemulsión.

Muestra A: A base de agua, 100 % de DEV1996, sin agente de reticulación

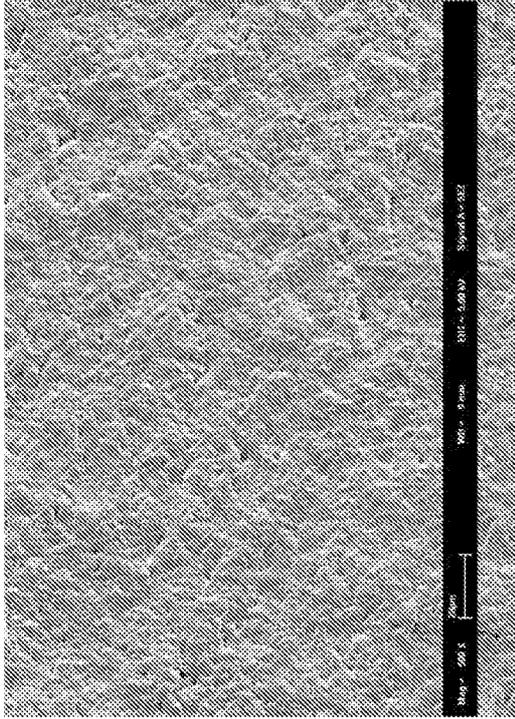


Aumento: 500X Fig. 1A

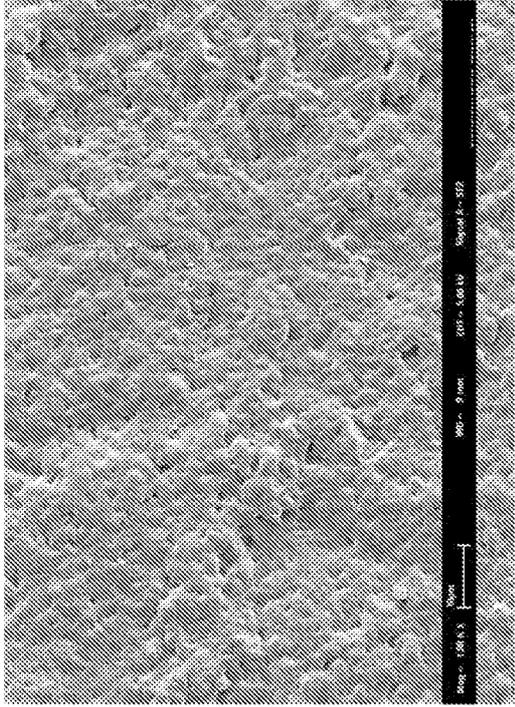


1000X Fig. 1B

Muestra B: A base de agua, 90 % de DEV1996/10 % de DEV5606, con agente de reticulación XC113

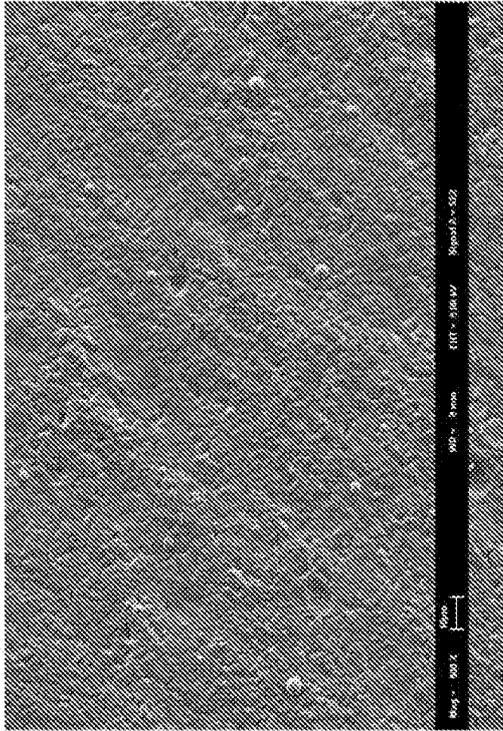


Aumento: 500X Fig. 2A

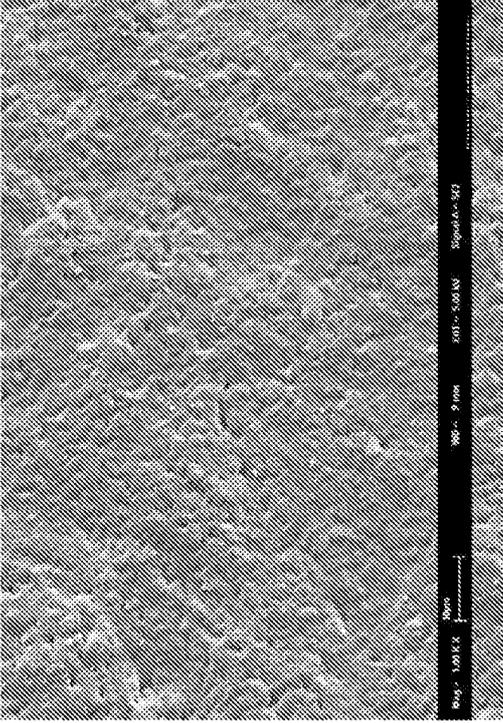


1000X Fig. 2B

Muestra C: A base de emulsión, 100 % de DH-1406-60 (HEMA/EHA/MAA:75/22/3, con agente de reticulación Polycup 172

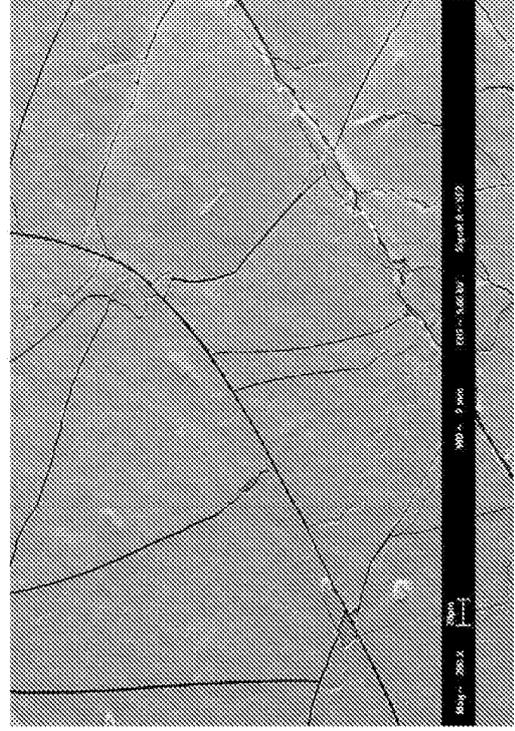


Aumento: 500X Fig. 3A

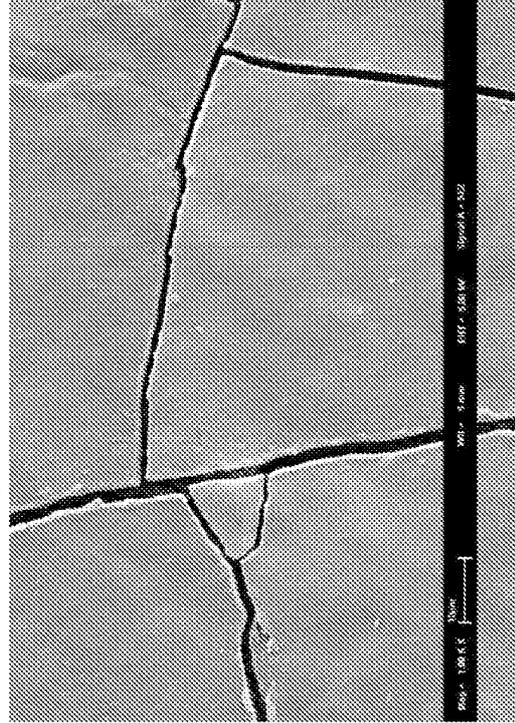


1000X Fig. 3B

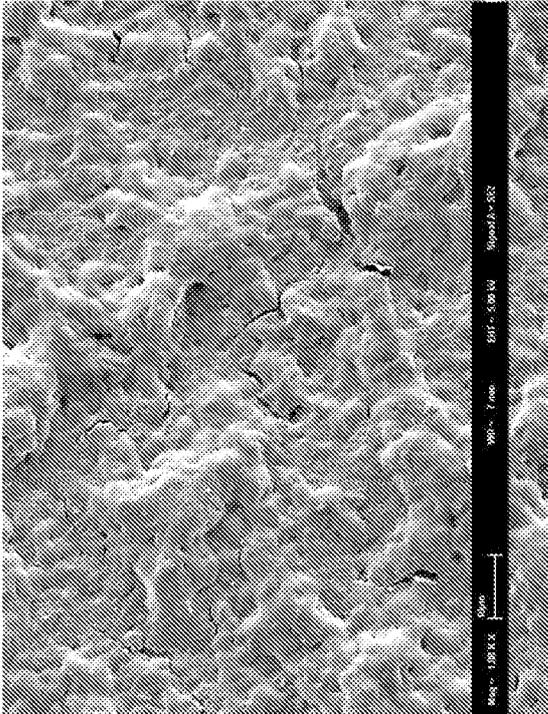
Muestra D: A base de disolvente, 100 % de DH-1406-60 (HEMA/EHA/MAA:68/23/9, con agente de reticulación XC113



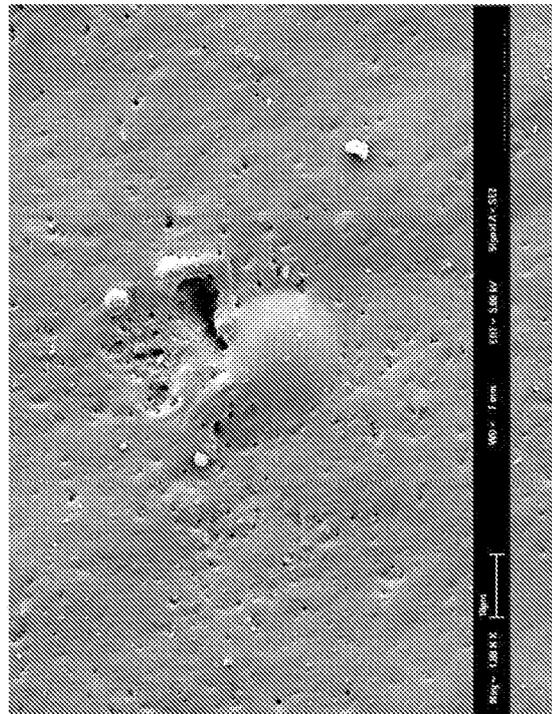
Aumento: 200X Fig. 4A



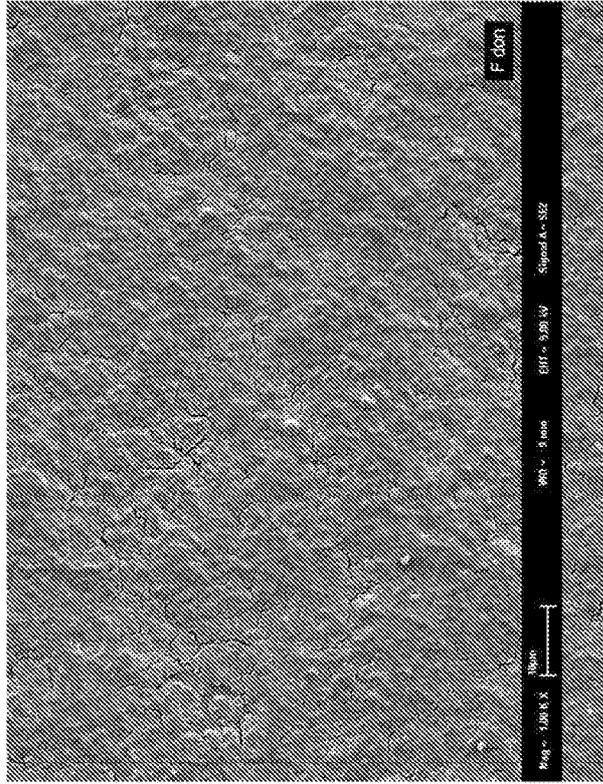
1000X Fig. 4B



Polimero a base de disolvente: DEV 8697 Fig. 5



Polimero a base de emulsión: DEV 5613 Fig. 6



Polimero a base de emulsión: DH 1406-110 Fig. 7

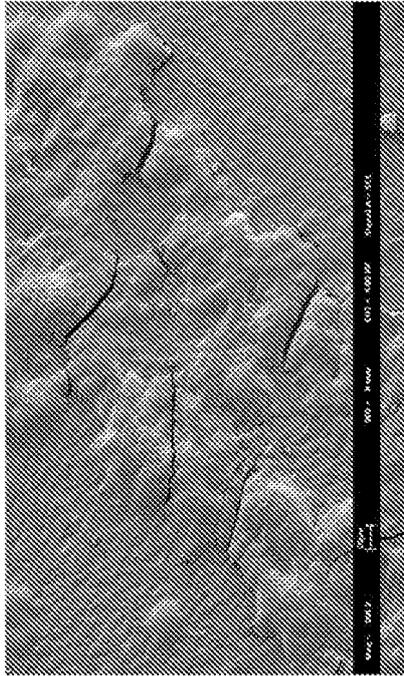


Fig. 8B

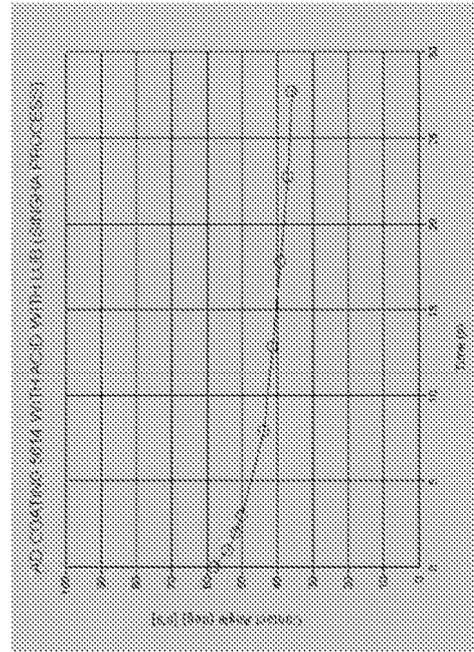


Fig. 9B

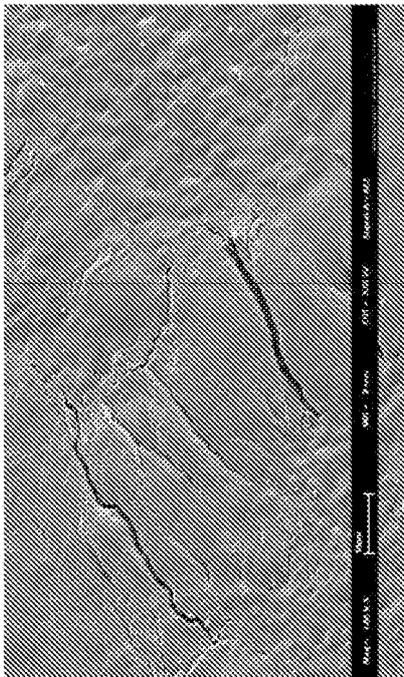


Fig. 8A

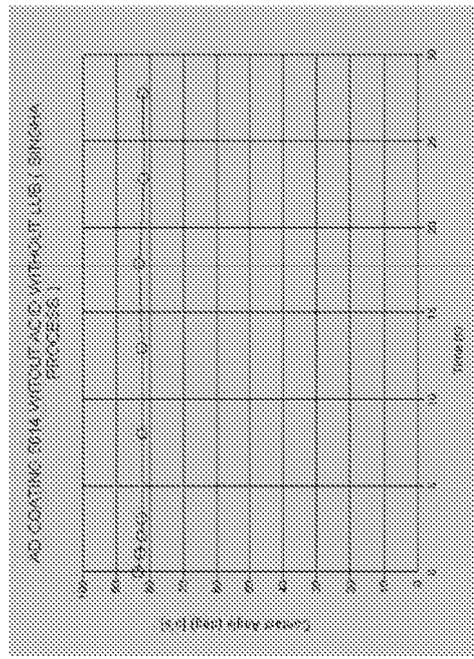


Fig. 9A

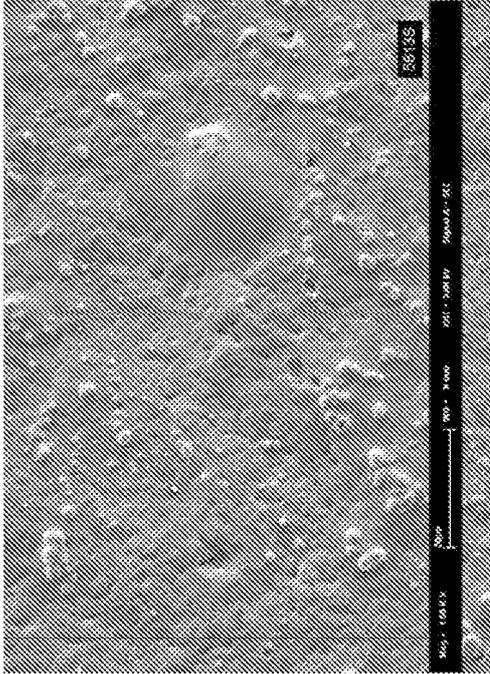


Fig. 12B

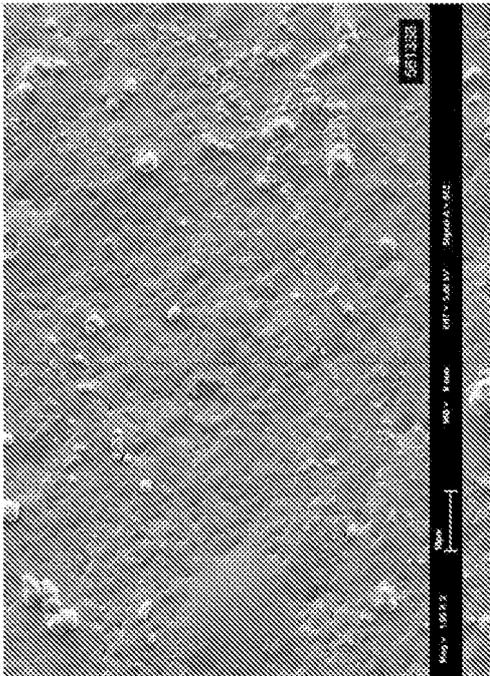


Fig. 12A

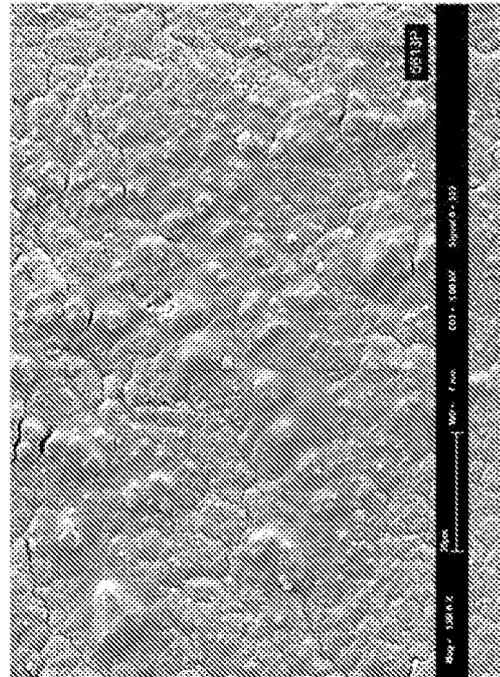


Fig. 12C

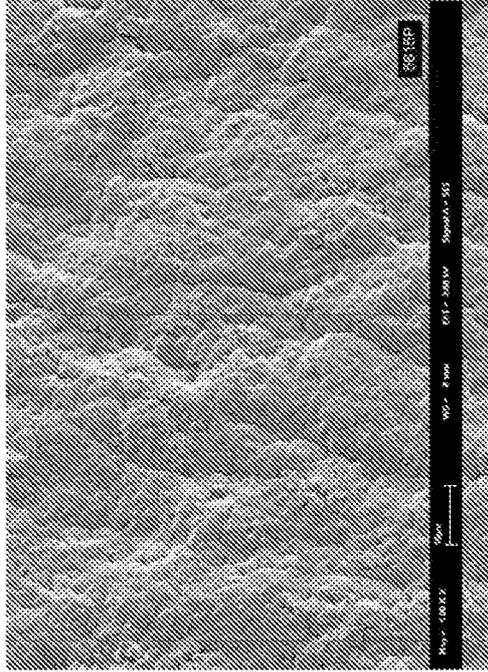


Fig. 14

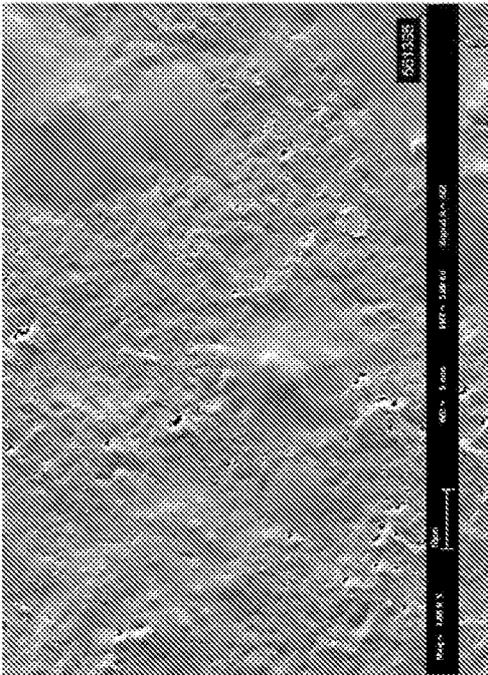


Fig. 13A

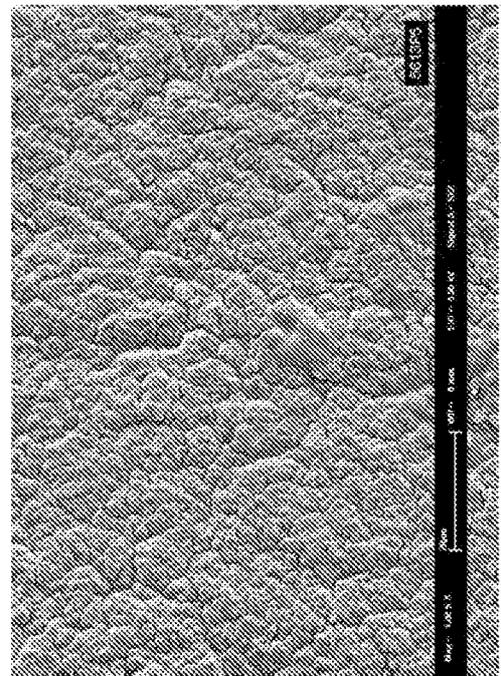


Fig. 13B

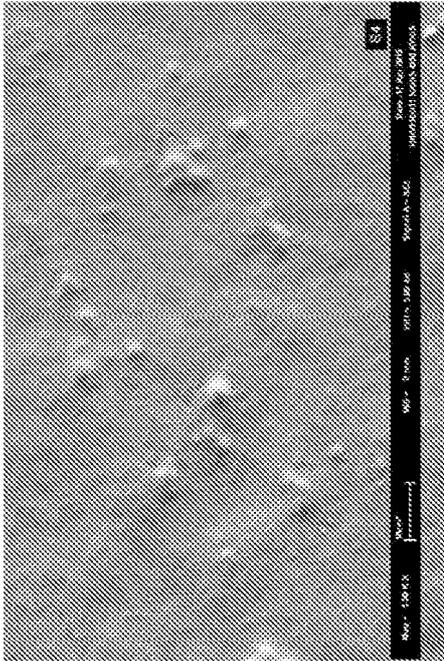


Fig. 15B

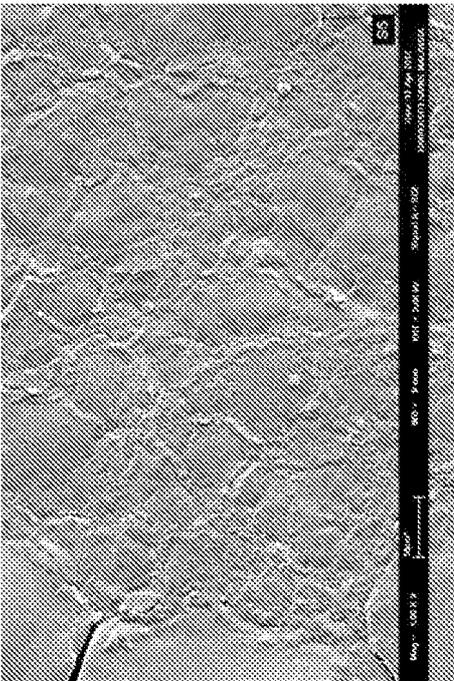


Fig. 15A

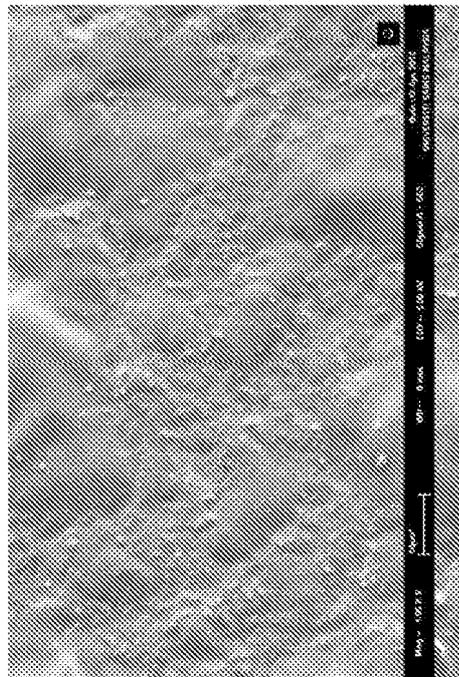


Fig. 15C