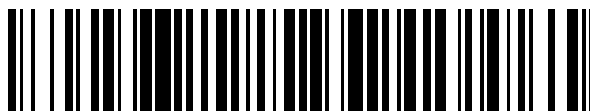


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 720 513**

51 Int. Cl.:

**C09J 131/04** (2006.01)

**D21H 27/30** (2006.01)

**B32B 5/16** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.11.2014 PCT/US2014/067408**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.06.2015 WO15081097**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.11.2014 E 14865840 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2019 EP 3074479**

54 Título: **Adhesivo para artículos aislantes**

30 Prioridad:

**27.11.2013 US 201361909723 P**

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

**22.07.2019**

73 Titular/es:

**HENKEL IP & HOLDING GMBH (100.0%)  
Henkelstrasse 67  
40589 Düsseldorf, DE**

72 Inventor/es:

**HUANG, TIANJIAN;  
THOMPSON, KRISTINA;  
WASKI, DANIEL y  
GETTY, KRIS**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 720 513 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**

Adhesivo para artículos aislantes.

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a una composición de adhesivo para artículos aislantes. En particular, la invención incluye una composición de adhesivo y un artículo que comprende el adhesivo para proporcionar aislamiento e integridad estructural.

10 Antecedentes de la invención

Los paquetes y recipientes desechables de alimentos tradicionales y ampliamente usados están hechos de espumas de poliestireno extruido de células cerradas. Debido a que están totalmente hechos de plástico, no se biodegradan y, de este modo, tienen un impacto negativo en el medio ambiente. Algunas regulaciones han prohibido el uso de tales paquetes y recipientes, por razones ambientales.

15 Se hacen paquetes de alimentos alternativos más ecológicos están hechos a partir de un sustrato más renovable, tal como la lámina celulósica, por ejemplo, cartulina, cartón, papel, papel recubierto, películas, pegados entre sí con un adhesivo. Los paquetes alternativos por lo general comprenden al menos dos sustratos celulósicos con un espacio de aire interpuesto entre los dos sustratos. A medida que el paquete se maneja y flexiona, el espacio de aire entre los dos sustratos se comprime y el aislamiento disminuye en esas áreas comprimidas. Para mejorar las propiedades aislantes del paquete, se puede colocar un divisor (por ejemplo, medio) entre los dos sustratos como una estructura de soporte o se pueden usar sustratos de peso base más alto o cartones no reciclados como los sustratos. Sin embargo, las soluciones mencionadas anteriormente aumentan los costes y también aumentan la huella de carbono.

20 El documento US 2013/303351 A1 describe un método para usar energía de microondas para calentar, activar y expandir recubrimientos y adhesivos expandibles con calor, que se pueden colocar ya sea en y/o dentro de un material de sustrato usado para ser convertido posteriormente en un producto, o colocado directamente sobre o dentro de un producto de embalaje durante sus procesos de fabricación. El material del sustrato puede ser ya sea monocapa o multicapa en forma de rollos, láminas o piezas en blanco hechas de materiales tales como papel, cartón, papel recubierto, material de cartón acanalado, película plástica, material tejido, textil, material no tejido y/o sustratos metalizados, o cualquier combinación de estos materiales.

25 La Patente de los Estados Unidos No. 5 264 467 divulga una composición de adhesivo acuosa de contacto que consiste esencialmente en a) una emulsión acuosa que contiene un polímero adhesivo de contacto que es un acetato de vinilo-etileno, acrílico o polímero de neopreno, b) 0-50% en peso de plastificante, basado en polímero adhesivo de contacto, c) 0.5-10% en peso de microesferas huecas termoplásticas, basado en polímero adhesivo de contacto, y d) 0-4.5% en peso de polietilenimina, basado en polímero adhesivo de contacto, la composición de adhesivo que demuestra menos de una libra por pulgada lineal de adhesión al acero inoxidable mediante el método PSTC-1, y un método para laminar dos sustratos usando el adhesivo de contacto acuoso.

30 La presente invención busca mejorar la lámina celulósica aislante, mediante el uso de una composición de adhesivo que añade propiedades aislantes e integridad estructural a la lámina celulósica. La presente invención proporciona un paquete ambiental y económicamente sano que proporciona aislamiento térmico e integridad estructural.

45 Resumen de la invención

La presente invención se refiere a una composición de adhesivo a base de agua como se define en las reivindicaciones que proporciona aislamiento e integridad estructural cuando el adhesivo se aplica a un sustrato celulósico. La presente invención proporciona además un artículo de sustrato de múltiples capas que comprende el adhesivo interpuesto entre los sustratos. El adhesivo proporciona propiedades aislantes e integridad estructural al artículo.

50 En una realización, se proporciona una composición de adhesivo que comprende (a) un polímero a base de agua preparado mediante polimerización por emulsión; (b) una pluralidad de microesferas expandibles; y opcionalmente (c) aditivo. El polímero a base de agua tiene (i) un módulo elástico superior a 0.5 MPa en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; (ii) una pendiente logarítmica absoluta (E)/T inferior a 0.05 en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; y (iii) un valor de tan d inferior a 0.6 a 90 °C, en el que las mediciones del módulo se realizan de acuerdo con la norma ASTM D5026, y se seleccionan del grupo que consiste en una dispersión de acetato de vinilo y etileno, poli(acetato de vinilo), poli(acetato de vinilo) alcohol polivinílico, poli(acetato de vinilo) estabilizado con dextrina, copolímeros de poli(acetato de vinilo), copolímeros de acetato de vinilo etileno, vinilacrílico, estireno acrílico, acrílico, caucho de estireno butilo, poliuretano y mezclas de los mismos. Las microesferas expandibles comienzan a expandirse a una temperatura de 80 °C a 100 °C y tienen una temperatura de expansión máxima de 120 °C a 130 °C.

65

Otra realización proporciona un procedimiento para formar un artículo que comprende las etapas, (1) preparar una composición que comprende un polímero a base de agua preparado mediante polimerización por emulsión y una pluralidad de microesferas expandibles; (2) aplicación de la composición sobre un sustrato, que es un papel, cartón o madera; (3) secado de la composición para eliminar sustancialmente el agua; y (4) expandir la composición. El polímero a base de agua tiene (i) un módulo elástico superior a 0.5 MPa en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; (ii) una pendiente logarítmica absoluta (E)/T inferior a 0.05 en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; y (iii) un valor de tan d inferior a 0.6 a 90 °C, en el que las mediciones del módulo se realizan de acuerdo con la norma ASTM D5026, y se seleccionan del grupo que consiste en una dispersión de acetato de vinilo y etileno, poli(acetato de vinilo), poli(acetato de vinilo) alcohol polivinílico, poli(acetato de vinilo) estabilizado con dextrina, copolímeros de poli(acetato de vinilo), copolímeros de acetato de vinilo etileno, vinilacrílico, estireno acrílico, acrílico, caucho de estireno butilo, poliuretano y mezclas de los mismos. Las microesferas expandibles comienzan a expandirse a una temperatura de 80 °C a 100 °C y tienen una temperatura de expansión máxima de 120 °C a 130 °C.

Otra realización más está dirigida a un artículo que comprende un sustrato celulósico y una composición que comprende un polímero a base de agua preparado mediante polimerización por emulsión y una pluralidad de microesferas expandibles. El polímero tiene (i) un módulo elástico superior a 0.5 MPa en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; (ii) una pendiente logarítmica absoluta (E)/T inferior a 0.05 en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; y (iii) un valor de tan d inferior a 0.6 a 90 °C, en el que las mediciones del módulo se realizan de acuerdo con la norma ASTM D5026, y se seleccionan del grupo que consiste en una dispersión de acetato de vinilo y etileno, poli(acetato de vinilo), poli(acetato de vinilo) alcohol polivinílico, poli(acetato de vinilo) estabilizado con dextrina, copolímeros de poli(acetato de vinilo), copolímeros de acetato de vinilo etileno, vinilacrílico, estireno acrílico, acrílico, caucho de estireno butilo, poliuretano y mezclas de los mismos. Las microesferas expandibles comienzan a expandirse a una temperatura de 80 °C a 100 °C y tienen una temperatura de expansión máxima de 120 °C a 130 °C.

Breve descripción de las figuras.

La figura 1 es una gráfica de la temperatura versus el tiempo de dos preparados, uno con el adhesivo de la invención (línea más gruesa) y el otro sin el adhesivo de la invención (línea más delgada).

La figura 2 es una gráfica del porcentaje de compresión versus el tiempo del preparado que se comprime a 191 °F con una fuerza de 2 psi durante 2 minutos.

Descripción detallada de la invención

La presente invención proporciona una composición de adhesivo que proporciona aislamiento e integridad estructural al calentar o aplicar radiación al adhesivo. El adhesivo y el artículo hecho con el adhesivo son más inocuos para el medio ambiente, por ejemplo, biodegradables que los recipientes convencionales de poliestireno extruido de celda cerrada.

La presente invención se basa en el descubrimiento de que una composición de adhesivo que comprende un polímero a base de agua preparado mediante polimerización por emulsión y una pluralidad de microesferas expandibles proporciona una integridad estructural y un aislamiento térmico mejorados. Las composiciones adhesivas descritas en este documento pueden ser útiles en sustratos multicapa, particularmente para sustratos celulósicos. Mediante el uso de la composición de adhesivo de la invención, se puede proporcionar un mayor espacio de aislamiento entre los dos sustratos, que se une en el punto de adhesión. Tal artículo que contiene sustratos multicapa evita la necesidad de un divisor, y de este modo, es un producto más consciente del medio ambiente. Los productos aislantes útiles en este documento incluyen productos de papel para uso del consumidor, tales como tazas y tapas para bebidas calientes, tazas y tapas para bebidas frías, recipientes y tapas para alimentos calientes, tapas y recipientes para alimentos fríos, cajas plegables y cajas de cartón para congeladores, y similares.

La composición de adhesivo puede estar hecha de cualquier número de materiales. Deseablemente, la composición de adhesivo incluye un componente de polímero en emulsión, una pluralidad de microesferas y, opcionalmente, plastificante y agua. La composición de adhesivo puede incluir además uno o más conservantes, agentes de pegajosidad o cargas. Se pueden usar otros materiales que no afecten adversamente a las propiedades adhesivas y aislantes de la composición de adhesivo, según se desee.

La composición de adhesivo incluye un polímero a base de agua preparado mediante polimerización por emulsión. El polímero en emulsión puede estar presente en la composición de adhesivo en cualquier cantidad, y deseablemente está presente en una cantidad desde aproximadamente 50% a aproximadamente 99.5% en peso, preferiblemente desde aproximadamente 50% a aproximadamente 70% en peso, en peso de la composición de adhesivo antes del fraguado de la composición. Dependiendo del polímero en emulsión, los niveles de sólidos varían desde aproximadamente 40% en peso a aproximadamente 60% en peso, basado en el polímero en emulsión.

El polímero a base de agua se puede seleccionar de modo que pueda ser altamente plastificado con agua. Esto permite una expansión eficiente de las microesferas durante el calentamiento. Preferiblemente, el polímero en emulsión está estabilizado por coloides protectores hidrófilos. El polímero a base de agua preparado mediante polimerización por emulsión puede ser de un solo grado o una mezcla de polímero en emulsión sintética o polímeros de origen natural. El polímero a base de agua preparado mediante polimerización por emulsión puede incluir cualquier componente polímero deseado, que se selecciona del grupo que consiste en una dispersión de acetato de vinilo y etileno, poli(acetato de vinilo), poli(acetato de vinilo) alcohol polivinílico, poli(acetato de vinilo) estabilizado con dextrina, copolímeros de poli(acetato de vinilo), copolímeros de acetato de vinilo etileno, vinilacrílico, estireno acrílico, acrílico, caucho de estireno butilo, poliuretano y mezclas de los mismos. Los componentes de polímero en emulsión particularmente preferidos son la dispersión de etileno acetato de vinilo y el poli(acetato de vinilo).

En una realización, el polímero a base de agua tiene un módulo elástico superior a 0.5 MPa en el intervalo del intervalo de temperatura de 70°C a 110°C. Todas las mediciones de módulo informadas, a menos que se indique lo contrario, se realizaron de acuerdo con la norma ASTM D5026. En otra realización, el polímero a base de agua tiene un módulo elástico superior a 5 MPa en el intervalo del intervalo de temperatura de 85 °C a 100 °C. Aún en otra realización, el polímero a base de agua tiene una pendiente absoluta  $\log(E)/T$  inferior a 0.05 en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C. En otra realización, el polímero a base de agua tiene una pendiente absoluta de  $\log(E)/T$  inferior a 0.008 en el intervalo del intervalo de temperatura de 85 °C a 100 °C. Aún en otra realización, el polímero a base de agua tiene un valor de  $\tan \delta$  inferior a 0.6 a 90°C.

La composición de adhesivo incluye además una pluralidad de microesferas preexpandidas o expandibles. Las microesferas preexpandidas están completamente expandidas y no es necesario someterse a una expansión adicional. Las microesferas expandibles útiles en la presente invención deberían ser capaces de expandirse en tamaño en presencia de calor y/o energía de radiación (incluyendo, por ejemplo, energía de microondas, infrarrojo, radiofrecuencia y/o ultrasónica). Las microesferas útiles en la presente invención incluyen, por ejemplo, microesferas poliméricas expandibles por calor, incluidas las que tienen un núcleo de hidrocarburo y una envoltura de poliacrilonitrilo (tal como las que se venden con la marca comercial DUALITE®) y otras microesferas similares (tales como las que se venden bajo la marca comercial EXPANCEL®). Las microesferas expandibles pueden tener cualquier tamaño no expandido, incluyendo desde aproximadamente 12 micrones hasta aproximadamente 30 micrones de diámetro. En presencia de calor, las microesferas expandibles de la presente invención pueden ser capaces de aumentar su diámetro en aproximadamente 3 veces a aproximadamente 10 veces. Tras la expansión de las microesferas en la composición de adhesivo, la composición de adhesivo se convierte en un material similar a la espuma, que tiene propiedades de aislamiento mejoradas. Se puede desear, como se explicará más adelante, que la expansión de las microesferas tenga lugar en una composición de adhesivo parcialmente fijada.

Las microesferas expandibles tienen una temperatura particular a la que comienzan a expandirse y una segunda temperatura a la que han alcanzado la expansión máxima. Diferentes grados de microesferas tienen diferentes temperaturas de expansión ( $T_{exp}$ ) y temperaturas de expansión máxima ( $T_{max}$ ). La microesfera expandible tiene una  $T_{exp}$  de 80 °C a 100 °C. Si bien se puede usar cualquier grado particular de microesferas en la presente invención, la  $T_{exp}$  y la  $T_{max}$  de las microesferas se deben tener en cuenta al formular y procesar. La temperatura a la que las microesferas han alcanzado la expansión máxima ( $T_{max}$ ) es desde 120 °C a 130 °C.

Aunque la elección de las microesferas particulares y sus respectivas  $T_{exp}$  y  $T_{max}$  no es crítica para la invención, las temperaturas de procesamiento pueden modificarse dependiendo de estas temperaturas. Antes de que la composición de adhesivo esté completamente seca, estas microesferas se pueden mover dentro de la composición y se pueden expandir. Sin embargo, una vez que la composición de adhesivo está completamente seca, las microesferas se bloquean sustancialmente en su lugar, haciendo su expansión difícil, si no imposible.

En realizaciones preferidas, es deseable que las microesferas expandibles estén presentes en la composición de adhesivo en una cantidad desde aproximadamente el 0.1% a aproximadamente el 10% en peso de la composición de adhesivo antes del fraguado de la composición, y más deseablemente desde aproximadamente 0.5% a aproximadamente 7% en peso de la composición de adhesivo antes del fraguado de la composición, y lo más deseablemente, desde aproximadamente 1% a aproximadamente 5% en peso de la composición de adhesivo antes del fraguado de la composición. La proporción de expansión de las microesferas expandibles y el nivel de carga de las microesferas se relacionarán entre sí.

Dependiendo del tamaño totalmente expandido de las microesferas, la cantidad de microesferas expandibles en el adhesivo se puede ajustar. Dependiendo de las microesferas expandibles particulares usadas en la composición, la cantidad deseada de las microesferas en la composición se puede modificar. Por lo general, si la composición de adhesivo incluye una concentración demasiado alta de microesferas expandibles, habrá una adhesión y resistencia insuficientes tras la expansión de las microesferas, y de ese modo se debilitará la integridad estructural del compuesto.

Se ha descubierto que la adición del 0.1% a aproximadamente el 10% de las microesferas expandibles en peso de la composición de adhesivo antes del fraguado permite una integridad estructural mejorada. El adhesivo expandido tiene una expansión de volumen total mayor que 150%, preferiblemente mayor que 200%, de un recubrimiento

## ES 2 720 513 T3

5 adhesivo húmedo o parcialmente seco. Como se muestra en la figura 2, el adhesivo proporciona una separación de altura de aproximadamente el 75% del compuesto (sustratos de papel que se mantienen unidos con el adhesivo) incluso cuando se comprime a 191 °F con una fuerza de 2 psi durante 2 minutos. De este modo, el adhesivo proporciona integridad estructural a los sustratos multicapa incluso después de la exposición a la compresión en caliente.

La composición de adhesivo incluye opcionalmente un plastificante. Los plastificantes de ejemplo son dibenzoatos disponibles como BENZOFLEX®, tales como dibenzoato de dietilenglicol, dibenzoato de dipropilenglicol y similares.

10 La composición de adhesivo puede incluir opcionalmente cualquier solvente polar, particularmente agua, en la formulación.

15 La composición de adhesivo incluye además opcionalmente cualquier agente de pegajosidad, humectantes, reticulantes, conservantes, por ejemplo, antioxidante, biocida; relleno, pigmento, tinte, estabilizante, modificador de la reología, alcohol polivinílico y mezclas de los mismos. Estos componentes se pueden incluir en una cantidad desde aproximadamente 0.05% a aproximadamente 15% en peso de la composición de adhesivo antes del fraguado de la composición. Los conservantes de ejemplo incluyen 1,2-benzisotiazolin-3-ona, 5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona y 2-metil-4-isotiazolin-3-ona. Por lo general, los conservantes se pueden usar en una cantidad desde aproximadamente 0.05% a aproximadamente 0.5% en peso de la composición de adhesivo antes del fraguado de la composición.

20 La adición de un reticulante aumentará aún más la integridad estructural del adhesivo después de que las microesferas se expandan.

25 La composición de adhesivo puede incluir además un acelerador. El acelerador es un catión multivalente de sales solubles en agua, incluido el comúnmente disponible nitrato de aluminio ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ), acetato de zirconio, carbonato de zirconilo de amonio (disponible como Bacote 20 de Zirconium Chemicals). La adición de una sal soluble en agua multivalente acorta el tiempo requerido para la radiación durante la expansión de la composición de adhesivo. Cuando se añade, se puede usar desde aproximadamente 0.05 a aproximadamente 1, preferiblemente desde aproximadamente 0.1 a 0.3% en peso en base al peso total de la composición de adhesivo.

30 Aunque el adhesivo puede comenzar a unirse a temperatura ambiente, la composición del adhesivo todavía puede tener un alto contenido de humedad y será sustancialmente fluida. Para adhesivos con microesferas expandibles, se puede introducir una forma de energía en el adhesivo para expandir las microesferas antes de secar completamente el adhesivo. La forma de energía es por lo general el calor de la conducción, la inducción o la radiación. Para los adhesivos que contienen microesferas preexpandidas, no es necesaria ninguna forma adicional de energía.

35 Para adhesivos que contienen microesferas expandibles y preexpandidas, se pueden usar calentadores y ventiladores para eliminar el exceso de agua para ayudar a secar los adhesivos. En una realización particularmente deseable de la fabricación de productos, la composición de adhesivo se puede aplicar a la superficie (o superficies) de un sustrato y someterse a calor suficiente para unir el adhesivo. Al inicio de la coalescencia del adhesivo y mientras el adhesivo es sustancialmente similar a un fluido, el adhesivo puede ayudar a mantener el adhesivo y las microesferas en su lugar, pero permitirá que las microesferas se expandan libremente. En una realización, el calor se puede elevar entonces a una temperatura suficiente para expandir las microesferas. Es preferible que el calentador se ajuste a un intervalo de temperatura entre la  $T_{\text{exp}}$  y la  $T_{\text{max}}$  de las microesferas. Finalmente, el calor se puede elevar nuevamente a una temperatura suficiente para expulsar completamente el agua de la composición de adhesivo. El calor se puede aplicar mediante cualquier método deseado, incluso en un horno o mediante el uso de rodillos calientes. Cabe señalar que las diversas etapas (inicio de fraguado, expansión de las microesferas y secado total del adhesivo) se pueden lograr mediante energía de radiación, ya sea como reemplazo o como complemento del calor directo. Es decir, por ejemplo, las diversas etapas se pueden lograr mediante el uso de microondas o radiación de radiofrecuencia. Además de la conducción, se puede usar el método de calentamiento por inducción en el procedimiento. Además, el procedimiento puede incluir cualquier combinación de aplicación de calor y aplicación de radiación. Por ejemplo, la coalescencia inicial del adhesivo se puede lograr a través del calor directo, mientras que la expansión de las microesferas se puede lograr a través de la aplicación de energía de radiación.

55 Se pueden incluir otros aditivos en la composición para aumentar la coalescencia del adhesivo, si se desea

60 El adhesivo de la invención es particularmente adecuado para paquetes aislantes que se dirigen por lo general para uso a temperaturas elevadas y/o reducidas y requieren aislamiento térmico.

65 Otra realización proporciona un método de preparación de un artículo que tiene una integridad estructural mejorada y propiedades aislantes, que incluye las etapas de: (a) proporcionar un primer sustrato que tiene un primer lado y un segundo lado; (b) proporcionar un segundo sustrato que tiene un primer lado y un segundo lado; (c) preparar una composición de adhesivo combinando (i) un polímero a base de emulsión seleccionado del grupo que consiste en una dispersión de acetato de vinilo y etileno, poli(acetato de vinilo), poli(acetato de vinilo) alcohol polivinílico,

5 poli(acetato de vinilo) estabilizado con dextrina, copolímeros de poli(acetato de vinilo), acetato de vinilo - etileno copolímeros, vinilacrílico, estireno acrílico, acrílico, caucho de estireno butilo, poliuretano y mezclas de los mismos; (ii) una pluralidad de microesferas expandibles, y opcionalmente (iii) un plastificante y (iv) agua para formar un adhesivo; (d) aplicar el adhesivo (i) a una superficie del primer lado del primer sustrato, (ii) a una superficie del segundo lado del segundo sustrato o (iii) a una superficie del primer lado del primer sustrato primer sustrato y una superficie del segundo lado del segundo sustrato; (e) poner en contacto el primer sustrato y el segundo sustrato juntos donde el adhesivo aplicado se interpone entre los dos sustratos para formar una estructura compuesta; y (f) aplicar calor y/o radiación para expandir las microesferas expandibles para formar un enlace que adhiere el primer y segundo sustrato juntos. El sustrato multicapa resultante con un adhesivo que contiene las microesferas tiene una integridad estructural y un aislamiento térmico mejorados.

Los adhesivos se pueden formar inmediatamente antes de aplicar sobre un sustrato o se pueden hacer previamente y almacenar antes de ser necesario.

15 Otra realización está dirigida a paquetes aislados y a un método para formar paquetes aislados. Los paquetes incluyen tazas, recipientes de alimentos, cajas plegables, cartones, bolsas, tapas, cajas, sobres, envoltorios, carcasas y similares. Es preferible que los sustratos de los paquetes tengan un peso base, calibre y contenido de fibra reducidos en comparación con los sustratos tradicionales usados para los mismos paquetes.

20 Los sustratos incluyen tableros de fibra, tableros de aglomerado, tableros corrugados, medios corrugados, tableros decolorados sólidos (SBB), tableros de sulfito decolorado sólido (SBS), tableros sin decolorar sólidos (SLB), tableros de virutas revestidos de blanco (WLC), papeles kraft, tableros de kraft, papeles recubiertos, tableros aglomerantes y sustratos de peso base reducido.

25 En una realización, se proporciona una lámina aislante que incluye un papel sustancialmente plano que tiene un primer lado y un segundo lado. El primer lado del papel incluye una pluralidad de microesferas expandibles fijadas al mismo en una composición de adhesivo, donde la pluralidad de microesferas expandibles se ha expandido y la composición de adhesivo se ha secado. De este modo, el producto incluye un papel que tiene una composición adherida similar a la espuma en el primer lado del mismo. Las microesferas expandibles incluyen las descritas anteriormente y la composición de adhesivo incluye los componentes descritos anteriormente, que incluyen el polímero en emulsión y el solvente polar opcional, plastificante, humectantes, conservantes o rellenos.

35 La composición de adhesivo se puede aplicar a la primera superficie del papel en cualquier configuración deseada, incluidos en una serie de puntos, rayas, ondas, patrones de tablero de ajedrez, cualquier forma de poliedro general que tenga bases sustancialmente planas y combinaciones de los mismos. La aplicación de estos patrones disminuye la cantidad de adhesivo en los paquetes. Además, la composición de adhesivo se puede aplicar a la primera superficie en una serie de cilindros. Además, si se desea, la composición de adhesivo se puede aplicar a la primera superficie como una lámina sustancialmente plana de adhesivo que cubre toda la primera superficie (laminación completa) o que cubre una parte de la primera superficie. La composición de adhesivo se puede aplicar en presencia de calor si se desea; sin embargo, es importante que el calor en la aplicación no sea tan alto como para fijar completamente la composición de adhesivo antes de expandir las microesferas expandibles. Un experto en la técnica puede determinar esta cantidad de presión sin excesiva experimentación. Opcionalmente, se puede aplicar un segundo papel a la superficie superior de la composición de adhesivo, formando una configuración intercalada de: primer papel-adhesivo con microesferas expandidas-segundo papel.

45 Después de que la composición de adhesivo se haya aplicado al primer lado del papel o, en una alternativa, el papel con adhesivo húmedo sobre el mismo se puede exponer a calor y/o energía de radiación para unir la composición de adhesivo. Por lo tanto, la composición de adhesivo se fija en los componentes, incluida la pluralidad de microesferas, en su lugar y se adhiere a la superficie del papel. Se puede desear secar solo parcialmente la composición de adhesivo, hasta el punto de que la composición se fije en los componentes y los mantenga adheridos a la superficie del papel, pero no esté completamente seco. Un experto en la técnica puede determinar el estado sin excesiva experimentación. Como se explicó anteriormente, solo secar parcialmente la composición de adhesivo (esto es, dejar una mayor cantidad de humedad en el adhesivo, tal como por lo menos un 10% de contenido de humedad) permite que las microesferas expandibles se expandan.

55 Después de que el adhesivo comienza a unirse, luego el papel se expone al calor y/o a la energía de radiación suficiente para expandir la pluralidad de microesferas. En una realización, el papel con adhesivo húmedo sobre él se expone al calor a una temperatura suficiente para expandir al menos la mayoría de las microesferas, entre los intervalos de  $T_{exp}$  y  $T_{max}$ . En otra realización, el papel con adhesivo húmedo sobre el mismo está expuesto a una energía de microondas o infrarroja suficiente para expandir al menos la mayoría de las microesferas expandibles. El producto resultante es un papel que tiene un adhesivo que tiene microesferas expandidas en su interior. La composición de adhesivo puede entonces exponerse a calor y/o energía de radiación suficiente para ajustar completamente la composición de adhesivo.

65 Si se desea, después de la aplicación de la composición de adhesivo al primer lado del papel, se puede proporcionar un segundo papel que tiene un primer lado y un segundo lado y el primer lado del segundo papel se aplica a la

superficie de la composición de adhesivo aplicada, formando una configuración sándwich. Posteriormente, la expansión de las microesferas y el fraguado del adhesivo pueden tener lugar como se explicó anteriormente.

5 Los paquetes de sustrato de múltiples capas formados con los adhesivos de la invención que contienen microesferas mejoran la capacidad del paquete para soportar la tensión bajo una tensión constante a temperaturas elevadas y/o reducidas. Se espera que los expertos en la técnica que la tensión del adhesivo aumente con la adición de microesferas a temperatura elevada. El adhesivo de la invención es particularmente apropiado para paquetes de consumo que se dirigen por lo general para uso a temperaturas elevadas. El adhesivo de la invención proporciona soporte estructural entre los tableros de papel del paquete, y esto mantiene la integridad estructural del paquete, y por consiguiente se mejora el aislamiento para el paquete.

15 En una realización, se proporciona un sustrato de múltiples capas que contiene dos sustratos y el adhesivo, sin ningún sustrato adicional, por ejemplo, un divisor. Hasta ahora, ha sido difícil lograr un producto que tenga el aislamiento térmico y la integridad estructural necesarios sin incluir una capa divisora. El adhesivo se puede aplicar para recubrir completamente los dos sustratos o en un patrón seleccionado o aleatorio. El artículo aislado con adhesivo estampado permite espacios dentro de los dos sustratos.

20 Aún en otra realización, el artículo aislado comprende un sustrato sustancialmente plano y un sustrato redondeado no plano. El adhesivo se aplica al sustrato sustancialmente plano, al sustrato no plano, o a ambos sustratos, para formar el artículo aislado. El adhesivo se puede aplicar para recubrir completamente la superficie del (los) sustrato (s) o para recubrir selectivamente partes de la superficie del (los) sustrato (s). El patrón puede ser aleatorio o diversos diseños ordenados. El artículo resultante tiene de este modo un espacio aislante entre las superficies del revestimiento. Los artículos con adhesivos estampados imitan un divisor interpuesto entre los dos sustratos. El espacio entre los dos sustratos es generado y mantenido por el adhesivo.

25 Otro paquete de consumo de ejemplo es un paquete de caja corrugada formado con sustratos de peso base inferior y un divisor de peso base inferior. Los sustratos y el divisor están hechos de papel que tiene un peso base reducido en comparación con los tableros corrugados aislantes tradicionales.

30 **Ejemplos**

Ejemplo 1 Módulo elástico, pendiente absoluta (log (E)/T) y tan delta de emulsiones de resina a base de agua.

Todas las mediciones informadas se realizaron de acuerdo con la norma ASTM D5026.

35

Temperatura (°C)	Emulsión de resina a base de agua 1		Emulsión de resina a base de agua 2		Emulsión de resina a base de agua 3		Comparación de emulsión de resina a base de agua	
	E' (MPa)	tan d	E' (MPa)	tan d	E' (MPa)	tan d	E' (MPa)	tan d
70	6.98	0.6255	29.63	0.5135	480.83	0.1470	0.74	0.5821
75	5.04	0.5798	21.08	0.4559	438.34	0.1221	0.62	0.5930
80	3.22	0.5651	13.73	0.4541	393.43	0.1086	0.51	0.5988
85	2.06	0.5379	8.54	0.4891	364.10	0.1109	0.45	0.6050
90	1.46	0.4909	4.97	0.5407	334.71	0.1192	0.38	0.6140
95	1.13	0.4439	2.83	0.5785	305.21	0.1313	0.32	0.6319
100	0.92	0.4063	1.68	0.5784	256.50	0.1936	0.25	0.6599
105	0.77	0.3797	1.09	0.5514			0.18	0.6947
110	0.64	0.3593	0.75	0.5200			0.11	0.7232
Pendiente absoluta (log(E)/T) en 70-100°C	0.0270		0.0429		0.0080		0.0177	

Ejemplo 2 - formación de un adhesivo

Se prepararon composiciones adhesivas que tenían la siguiente composición.

40

Tabla 1.

Componente	Componente	A (% en peso)	B (% en peso)	Comparación (% en peso)
Emulsión de resina a base de agua 1	i) un módulo elástico superior a 0.5MPa en el intervalo del intervalo de temperatura de 70°C a 110°C; ii) una pendiente absoluta log(E)/T inferior a 0.05 en el intervalo del intervalo de temperatura de 70°C a 110°C; y iii) un valor de tan d inferior a 0.6 a 90°C	90.7	88.00	
Comparación de emulsión de resina a base de agua	i) un módulo elástico superior a 0.5MPa en el intervalo del intervalo de temperatura de 70°C a			90.7
	85°C e inferior a 0.5MPa en el intervalo del intervalo de temperatura de 85°C a 110°C; ii) una pendiente absoluta log(E)/T como 0.0177 en el intervalo del intervalo de temperatura de 70°C a 110°C; y iii) un valor de tan d como 0.6140			
Microesferas expandibles	DUALITE® U020-125W	4.0	3.50	4.0
Plastificante	glicerina	3.0	2.00	3.0
Aditivo	surfactante, desespumante, conservante	0.3	0.25	0.3
Aditivo	acelerador - nitrato de aluminio	0	0.75	0
agua		2.0	5.50	2.0

- 5 Los componentes anteriores se mezclaron en un recipiente y luego se aplicó la muestra A entre dos sustratos de papel en forma de tiras, finas de cuentas de 0.1 g/ft para formar una copa del compuesto. Las tiras de cuentas se expandieron por calentamiento por microondas. Se hizo un compuesto comparativo de la misma manera, manteniendo la misma separación en volante, pero sin ninguna tira adhesiva como soporte. Ejemplo 2 - propiedades aislantes
- 10 La copa del compuesto se probó para determinar las propiedades aislantes con la muestra adhesiva A. En un anillo abierto, dos termopares (Digi-Sense, Tipo J) se colocaron en lados opuestos, y la copa se configuró en el anillo de modo que solo los dos termopares descansaban sobre la superficie de la taza. También se colocaron dos espumas compresibles en el otro lado del termopar para imitar la presión en el punto de contacto. El agua, a 190.25 °F, se vertió en la taza de compuesto y se registraron las temperaturas del termopar. En la tabla 2 se muestra un promedio de las lecturas de los termopares, a intervalos de 5 segundos, y en la figura 1 se muestra la gráfica de la temperatura total en función del tiempo.
- 15

Tabla 2.

tiempo (segundo)	Compuesto comparativo (°F) línea delgada	Compuesto (° F) Línea más gruesa
5	91.85	79.95
10	107.45	91.85
15	124.35	100.55
20	132.05	108.10
25	136.40	119.15
30	142.90	124.20
35	146.25	127.70



(continuación)

tiempo (segundo)	Compuesto comparativo (°F) línea delgada	Compuesto (° F) Línea más gruesa
40	149.35	132.80
45	150.60	135.50
50	151.95	137.10
55	153.35	139.15
60	153.60	139.70
65	154.50	140.40
70	154.90	141.25
75	155.10	141.35
80	155.40	141.65

5 Como se muestra en la tabla 2 y la figura 1, la taza del compuesto tenía temperaturas más bajas que las temperaturas compuestas comparativas, lo que indica que el calor estaba mejor aislado en la taza del compuesto. A aproximadamente 50 segundos y, posteriormente, la temperatura medida del compuesto se estabilizó a 14-15 °F por debajo de la temperatura del compuesto comparativo.

Ejemplo 3 - integridad estructural

10 El adhesivo expandido proporcionó integridad estructural en el compuesto durante una prueba de compresión en caliente. Tres cuentas (tamaño 2.4 mm de diámetro) de la Muestra A se aplicaron entre dos sustratos y luego se expandieron por calentamiento por microondas. De acuerdo con el método ASTM D5024, el compuesto luego se comprimió a 191 °F con una fuerza de 2 psi, durante 2 minutos. Los resultados del porcentaje de compresión se muestran en la tabla 3 y la Figura 2.

15

Tabla 3.

tiempo (min)	% de compresión
0.00	0.10
0.10	23.50
0.20	23.80
0.29	24.00
0.42	24.10
0.50	24.20
0.61	24.30
0.73	24.40
0.87	24.60
1.05	24.70
1.26	24.80
1.51	25.00
1.81	25.10
2.00	25.20

20 El compuesto con el adhesivo es capaz de mantener más del 70%, e incluso más del 75% de la altura original (separación) durante la prueba de compresión en caliente. Adicionalmente, la lata de adhesivo proporciona esta integridad estructural al compuesto a lo largo de los dos minutos completos.

Ejemplo 4 - Prueba de fluencia en caliente

## ES 2 720 513 T3

La prueba de fluencia en caliente se llevó a cabo en un compuesto hecho con adhesivo de la Muestra A y dos sustratos. En un tablero de sulfito decolorado sólido, se colocaron cinco puntos de matriz de ½" de la muestra A, y luego se cubrieron con un segundo tablero de sulfito decolorado sólido. Este compuesto se colocó luego en una TA Instruments DMA Q-800, se calentó en una configuración del plato caliente a 191 °F (88.3 °C), y luego se probó de acuerdo con la norma ASTM D 5024 (0.25 pulgadas<sup>2</sup>). Una vez que se alcanzó la fuerza de 300 g, se midió el porcentaje de tensión (como tiempo 0). Se realizó la misma prueba de fluencia en caliente con un compuesto hecho con adhesivo de comparación y los mismos sustratos, y los porcentajes de tensión se enumeran en la tabla 4.

Tabla 4

tiempo (s)	% de tensión A	% de tensión Comparación
0	0.1	0.0
5	23.5	24.5
10	23.8	25.0
14	23.9	25.3
21	24.1	25.6
25	24.1	25.7
30	24.2	25.9
36	24.3	26.1
44	24.4	26.3
52	24.6	26.5
63	24.7	26.8
75	24.8	27.0
91	25.0	27.3
109	25.1	27.6
120	25.2	27.7

Como se muestra en la tabla 4, el compuesto fabricado con el adhesivo A tuvo un porcentaje de tensión general más bajo durante la prueba de fluencia en caliente que el compuesto fabricado con adhesivo de comparación. El adhesivo A mantuvo un porcentaje de tensión menor en general y también pudo mantener el 75% de la altura estructural original incluso a 120 segundos.

### Ejemplo 5 - Efecto del acelerador

Los adhesivos de la muestra A (sin acelerador) y B (con acelerador) se expandieron en un microondas. Para la expansión de microondas, se colocaron puntos húmedos de muestras sobre un sustrato y luego se expandieron en el microondas durante la misma cantidad de tiempo. Las proporciones de expansión de seco a húmedo y de seco a seco de las muestras se enumeran en la tabla 5.

Tabla 5

	Punto húmedo (mg)	Proporción de expansión (seco/húmedo)	Proporción de expansión (seco/seco)
Muestra A	4.1	6.5	11.6
Muestra B	4.1	9.8	17.5
Muestra A	3.4	7.7	13.8
Muestra B	3.4	9.4	16.8

Como se muestra en la tabla 5, la Muestra B (con acelerador) tuvo proporciones de expansión volumétrica más altas que la Muestra A para seco/húmedo y seco/seco. Se observó que la Muestra B se expandió antes que la Muestra A en el microondas. También se observó que la muestra B requería menos tiempo que la muestra A para alcanzar la misma expansión volumétrica en el microondas.

**REIVINDICACIONES**

1. Un adhesivo a base de agua que comprende:

- 5 (a) un polímero a base de agua preparado mediante polimerización por emulsión;
- (b) una pluralidad de microesferas expandibles; y
- 10 (c) opcionalmente, un aditivo;

en el que el polímero a base de agua tiene (i) un módulo elástico mayor que 0.5MPa en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; (ii) una pendiente logarítmica absoluta (E)/T inferior a 0.05 en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; y (iii) un valor de tan d inferior a 0.6 a 90 °C, en el que las mediciones del módulo se realizan de acuerdo con la norma ASTM D5026, y

15 el polímero a base de agua se selecciona del grupo que consiste en una dispersión de etileno acetato de vinilo, poli(acetato de vinilo), poli(acetato de vinilo), alcohol polivinílico, poli(acetato de vinilo) estabilizado con dextrina, copolímeros de poli(acetato de vinilo), copolímeros de acetato de vinilo y etileno, vinilacrílico, estireno acrílico, acrílico, caucho de estireno butilo, poliuretano y mezclas de los mismos, y

20 las microesferas expandibles comienzan a expandirse a una temperatura de 80 °C a 100 °C y tienen una temperatura de expansión máxima de 120 °C a 130 °C.

2. El adhesivo a base de agua de la reivindicación 1, en el que el aditivo se selecciona del grupo que consiste en agentes de pegajosidad, plastificantes, reticulantes y mezclas de los mismos.

3. El adhesivo a base de agua de la reivindicación 1, que comprende además un agente de reticulación, desespumante, conservante, surfactante, modificador de reología, relleno, pigmento, colorante, estabilizante, alcohol polivinílico, humectante y mezclas de los mismos.

4. La composición de adhesivo a base de agua de la reivindicación 1, en la que el adhesivo comprende además un acelerador que es una sal soluble en agua multivalente seleccionada del grupo que consiste en nitrato de aluminio, acetato de circonio, carbonato de zirconilo de amonio y mezclas de los mismos.

5. Un procedimiento para formar un artículo que comprende las etapas de:

(a) preparación de una composición que comprende:

(1) un polímero a base de agua preparado mediante polimerización por emulsión que tiene (i) un módulo elástico superior a 0.5 MPa en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; (ii) una pendiente logarítmica absoluta (E)/T inferior a 0.05 en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; y (iii) un valor de tan d inferior a 0.6 a 90 °C, en el que las mediciones del módulo se realizan de acuerdo con la norma ASTM D5026; y

(2) una pluralidad de microesferas expandibles;

(b) aplicación de la composición sobre un sustrato, que es un papel, cartón o madera;

(c) secado de la composición para eliminar sustancialmente el agua; y

(d) expandiendo la composición,

en la que el polímero a base de agua se selecciona del grupo que consiste en una dispersión de etileno acetato de vinilo, poli(acetato de vinilo), poli(acetato de vinilo) alcohol polivinílico, poli(acetato de vinilo) estabilizado con dextrina, copolímeros de poli(acetato de vinilo), copolímeros de acetato de vinilo y etileno, vinilacrílico, estireno acrílico, acrílico, caucho de estireno butilo, poliuretano y mezclas de los mismos, y,

las microesferas expandibles comienzan a expandirse a una temperatura de 80 °C a 100 °C y tienen una temperatura máxima de expansión de 120 °C a 130 °C.

6. El procedimiento de la reivindicación 5, en el que la composición se aplica en un patrón, en el que el patrón es una serie de puntos, rayas, ondas, tableros de damas o una forma de poliedro que tiene sustancialmente una base plana.

7. Un artículo que comprende un sustrato celulósico y una composición que comprende:

## ES 2 720 513 T3

(a) un polímero a base de agua preparado mediante polimerización por emulsión que tiene (i) un módulo elástico superior a 0.5 MPa en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; (ii) una pendiente logarítmica absoluta (E)/T inferior a 0.05 en el intervalo del intervalo de temperatura de 70 °C a 110 °C; y (iii) un valor de tan d inferior a 0.6 a 90 °C, en el que las mediciones del módulo se realizan de acuerdo con la norma ASTM D5026; y

5

(b) una pluralidad de microesferas expandibles,

en la que el polímero a base de agua se selecciona del grupo que consiste en una dispersión de acetato de vinilo y etileno, poli(acetato de vinilo), poli(acetato de vinilo) alcohol polivinílico, poli(acetato de vinilo) estabilizado con dextrina, copolímeros de poli(acetato de vinilo), copolímeros de acetato de vinilo y etileno, vinilacrílico, estireno acrílico, acrílico, caucho de estireno butilo, poliuretano y mezclas de los mismos, y

10

las microesferas expandibles comienzan a expandirse a una temperatura de 80 °C a 100 °C y tienen una temperatura máxima de expansión de 120 °C a 130 °C.

15

8. El artículo de la reivindicación 7, que es una taza, recipiente para alimentos, caja plegable, cartón, bolsa, caja, tapas, sobre, envoltura o cubierta.

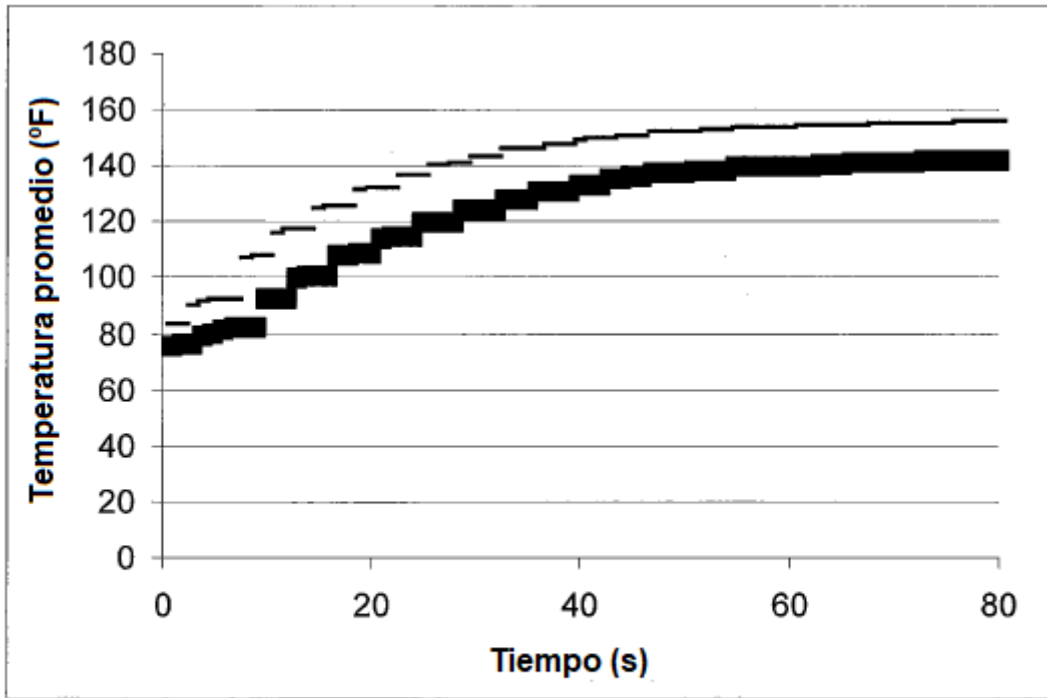


Figura 1

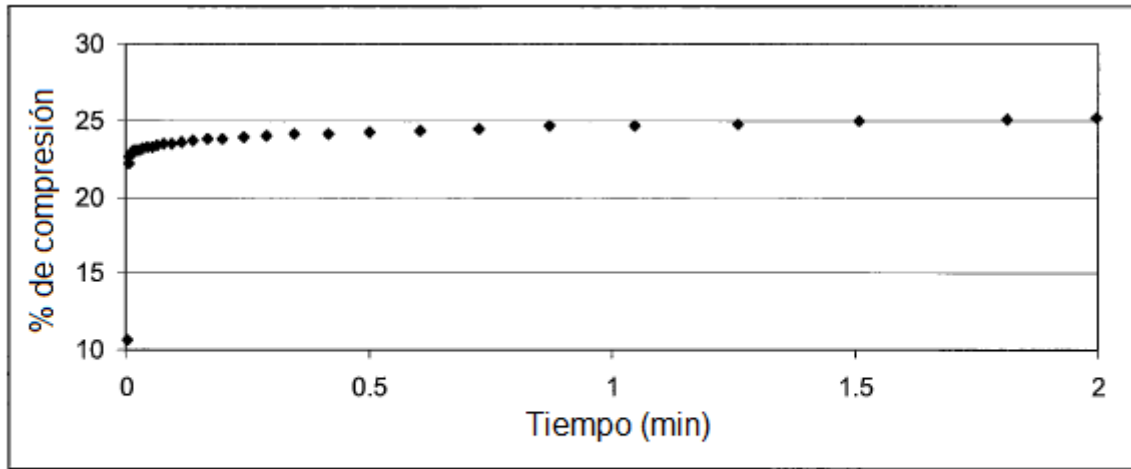


Figura 2