



(10) **DE 10 2016 214 304 A1** 2017.02.09

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2016 214 304.2**

(22) Anmeldetag: **03.08.2016**

(43) Offenlegungstag: **09.02.2017**

(51) Int Cl.: **C08J 9/28** (2006.01)

**C09J 7/00** (2006.01)

**B01D 67/00** (2006.01)

**B01D 53/14** (2006.01)

(66) Innere Priorität:  
**10 2015 009 961.2 05.08.2015**

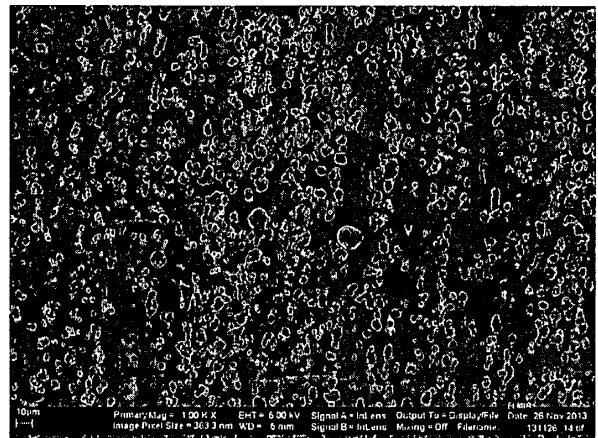
(72) Erfinder:  
**Keite-Telgenbüscher, Klaus, Dr., 22529 Hamburg,  
DE; Berg, Viktor, 21035 Hamburg, DE**

(71) Anmelder:  
**tesa SE, 22848 Norderstedt, DE**

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Mikrozelluläre Emulsionsschäume**

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft eine Emulsion zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform und ein Verfahren zur Herstellung des genannten mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform.



**Beschreibung**

## Technisches Gebiet der Erfindung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft einen mikrozellulären Emulsionsschaum in Filmform, der insbesondere in Klebebändern zur Verklebung diverser Materialien, wie z. B. Metall, Holz, Glas und/oder Kunststoff, eingesetzt werden kann. Dieser erfindungsgemäße, mikrozelluläre Emulsionsschaum wird aus einer Emulsion gewonnen, die eine Polymerlösung, umfassend ein erstes Lösemittel und ein Polymer, welches ungelöst bei 23°C und 1013 mbar fest vorliegt, ein zweites Lösemittel, das nicht mit dem ersten Lösemittel mischbar ist und die disperse Phase der Emulsion ausbildet, und einen Emulgator umfasst, wobei der Siedepunkt des zweiten Lösemittels bei 1013 mbar (i)  $\geq$  Siedepunkt des ersten Lösemittels und (ii)  $\leq$  der Schmelztemperatur des Polymers ist.

**[0002]** Außerdem wird ein Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen, mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform und ein Kit bzw. ein Verbundkörper, umfassend den erfindungsgemäßen, mikrozellulären Emulsionsschaum in Filmform, zur Verfügung gestellt.

## Allgemeiner Stand der Technik

**[0003]** Die Verwendung zellulärer Schaumstrukturen als Trägermaterialien oder als geschäumte Haftklebmassen ist im Bereich der Klebebänder allgemein seit Jahren bekannt (siehe z. B. US 3,565,247 A und US 5,851,617 A). Mit dem Trend zu immer dünneren Klebebändern ergibt sich die Notwendigkeit, immer feinere Schaumstrukturen zur Verfügung zu stellen, wie z. B. mikrozelluläre Schäume, bei denen die mittlere Porengröße in der Regel unterhalb von 100  $\mu\text{m}$  liegt.

**[0004]** Als Haftklebmassen werden Klebmassen bezeichnet, die bereits unter relativ schwachem Andruck eine dauerhafte Verbindung mit dem Haftgrund erlauben. Haftklebmassen wirken bei Raumtemperatur permanent haftklebrig, weisen also eine hinreichend geringe Viskosität und eine hohe Anfassklebrigkeit auf, so dass sie die Oberfläche des jeweiligen Klebegrunds bereits bei geringem Andruck benetzen. Die Verklebbarkeit der Klebmassen beruht auf ihren adhäsiven Eigenschaften und die mögliche Wiederablösbarkeit auf ihren kohäsiven Eigenschaften. Als Basis für Haftklebmassen kommen verschiedene Verbindungen in Frage, wie sie z. B. im „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“ von Donatas Satas (Satas & Associates, Warwick 1999) beschrieben sind.

**[0005]** Aus dem Stand der Technik sind verschiedene Verfahren bekannt, mikrozelluläre Schäume herzustellen:

Klassischerweise werden die Schäume durch Freisetzung von Gas durch chemische oder physikalische Prozesse innerhalb eines expandierbaren Matrixmaterials hergestellt, vgl. DE 1920929 A. Die chemische Schäumung ist allerdings schwer zu kontrollieren. Außerdem sind kleine Zellgrößen nur sehr schwer zu erreichen, da das freigesetzte Gas während des Expansionsvorgangs im dazu notwendigerweise viskosen Matrixmaterial zu größeren Blasen zusammen diffundiert bzw. sich die Blasen vereinigen. Chemische Treibmittel sind auch in der Regel Feststoffe, die selbst schon in Partikelgrößen von mehreren 10  $\mu\text{m}$  vorliegen und somit kaum geeignet sind, mikrozelluläre Schäume herzustellen.

**[0006]** Dagegen lassen sich über Polymerisation der kontinuierlichen Phase einer Emulsion mikrozelluläre, offenzellig geschäumte Flächengebilde herstellen, siehe US 6,573,305 A. Die kontinuierliche Phase der Emulsion enthält die reaktiven Monomere des Polymers sowie Initiatoren, die die Polymerisation starten. Die disperse Phase ist mit der kontinuierlichen Phase nicht mischbar und wird nach Abschluss der Polymerisation aus dem Flächengebilde entfernt. Bei der hier verwendeten Herstellung von Schäumen mittels Emulsionspolymerisation, bei der strukturierte Mikroporen erhalten werden, wird um die fein verteilten Tröpfchen der dispersen Phase der Emulsion herum polymerisiert. Nachteilig an diesen Verfahren ist allerdings, dass nach Herstellung der Emulsion eine Polymerisation durchgeführt werden muss, die innerhalb der Emulsion ablaufen muss. Dadurch sind viele Polymere, die z. B. unter rigiden Bedingungen, wie hohem Druck oder hoher Temperatur, oder unter Ausschluss von Sauerstoff polymerisiert werden müssen, für diese Verfahren kaum zugänglich. Die reaktiven Komponenten sind zudem oft wenig lagerstabil, schwierig zu handhaben und bergen aufgrund ihrer reaktiven Eigenschaften oft Gesundheitsgefahren.

**[0007]** Eine andere Möglichkeit zur Herstellung mikrozellulärer Polymerschäume besteht darin, ein Polymer in einer geeigneten Flüssigkeit so lange zu erhitzen, bis sich das Polymer aufgelöst hat, siehe DE 2737745 A. Anschließendes Abkühlen führt dazu, dass ein Flüssig-Flüssig-Ungleichgewicht entsteht und sich im gelösten

Polymer Lösemittel-Tröpfchen bilden. Durch weiteres Abkühlen wird das gelöste Polymer zum Erstarren gebracht. Die eingeschlossenen Tröpfchen müssen anschließend entfernt werden, um eine zellförmige Polymerstruktur zu erhalten. Dieses Verfahren ist aber nur für eine sehr eingeschränkte Zahl von Polymer/Lösemittel-Kombinationen anwendbar.

**[0008]** Dispersionen werden auch zur Herstellung poröser, sphärischer Polymerpartikel verwendet, siehe DE 2552613 A. Dabei wird eine Polymerlösung mit einer Flüssigkeit, die nicht mit der Polymerlösung mischbar ist, zu einer Dispersion vermischt. Anschließend wird ein flüssiges Koagulationsmittel eingerührt, welches nur mit dem Lösemittel der Polymerlösung mischbar ist, jedoch nicht mit dem Dispersionsmedium. Nach der Trennung der beiden Flüssigphasen werden Polymerperlen als disperse, geschäumte Partikel isoliert. Hierbei entstehen jedoch keine Filme, sondern disperse, geschäumte Partikel.

**[0009]** Offenzellige, poröse Polymerschäume können auch über Phaseninversion hergestellt werden, wobei hier eine Phasentrennung in einer ursprünglich homogenen Polymerlösung durch Temperaturwechsel oder durch Kontaktierung mit einem Nichtlösemittel herbeigeführt wird. Bei der Kontaktierung mit einem Nichtlösemittel wird die Polymerlösung nach dem Ausstreichen auf ein Trägermaterial durch ein Nichtlösemittelbad geleitet, wodurch das Lösemittel durch das Nichtlösemittel ersetzt wird. Dies führt zur Phasentrennung, bei der die polymerreiche Phase die poröse Matrix und die polymerarme Phase die Poren bilden. Nachteilig ist hierbei, dass keine geschlossenzelligen Schäume hergestellt werden können.

#### Aufgabe der vorliegenden Erfindung

**[0010]** Der vorliegenden Erfindung liegt insofern die Aufgabe zu Grunde, ein verbessertes Verfahren zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform bereitzustellen. Vor diesem Hintergrund schlägt die vorliegende Erfindung eine Emulsion und ein Verfahren zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform vor, um die oben beschriebenen Nachteile des Stands der Technik zu umgehen.

**[0011]** Insbesondere wird ein mikrozellulärer Emulsionsschaum in Filmform zur Verfügung gestellt, der mit den Verfahren nach dem Stand der Technik nicht oder nur mit großem Aufwand herzustellen ist.

#### Zusammenfassung der Erfindung

**[0012]** Die vorliegende Erfindung betrifft eine Emulsion zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums, wobei die Emulsion umfasst: Eine Polymerlösung, die ein erstes Lösemittel und ein Polymer, welches ungelöst bei 23°C und 1013 mbar fest vorliegt, umfasst; ein zweites Lösemittel, das nicht mit dem ersten Lösemittel mischbar ist und die disperse Phase der Emulsion ausbildet; und einen Emulgator, wobei der Siedepunkt des zweiten Lösemittels bei 1013 mbar (i) größer oder gleich ( $\geq$ ) dem Siedepunkt des ersten Lösemittels und (ii) kleiner oder gleich ( $\leq$ ) der Schmelztemperatur des Polymers ist.

**[0013]** Ebenso wird ein Verfahren zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform bereitgestellt, wobei das Verfahren die folgenden Schritte umfasst: (1) Bereitstellen einer Emulsion durch Lösen eines Polymers, welches ungelöst bei 23°C und 1013 mbar fest vorliegt, in einem ersten Lösemittel, um die Polymerlösung herzustellen, und Mischen und/oder Feinverteilen der Polymerlösung in einem zweiten Lösemittel, das nicht mit dem ersten Lösemittel mischbar ist und die disperse Phase der Emulsion ausbildet, zusammen mit einem Emulgator; (2) Formgebung der Emulsion als Schicht; (3) Verfestigung der kontinuierlichen Polymerphase durch Entfernen des ersten Lösemittels; (4) Gleichzeitige und/oder nachfolgende Entfernung des zweiten Lösemittels; und (5) gegebenenfalls Aufrollen des in Schritt (4) erhaltenen, mikrozellulär geschäumten Films zu einer Rolle, wobei der Siedepunkt des zweiten Lösemittels bei 1013 mbar (i) größer oder gleich ( $\geq$ ) dem Siedepunkt des ersten Lösemittels und (ii) kleiner oder gleich ( $\leq$ ) der Schmelztemperatur des Polymers ist.

**[0014]** Bevorzugt wird der erfindungsgemäße, mikrozelluläre Emulsionsschaum in Filmform als Träger, Trennmaterial, Haftklebstoff, Verpackungsfolie, Membran im Trennverfahren, lichtstreuende Schicht, wasser- und/oder luftdichter Schaum, Gas- oder Flüssigkeitsabsorber, Isolationsmaterial oder Strukturschaum eingesetzt.

#### Detaillierte Beschreibung der Erfindung

**[0015]** Erfindungsgemäß wird die oben beschriebene Aufgabe über eine emulsionsbasierte Schäumung gelöst, bei der die Schritte des Polymeraufbaus und der Emulsionsherstellung getrennt sind. Demnach wird die Emulsion mit den bereits aufgebauten Polymeren hergestellt und die disperse Phase der Emulsion wird nach bzw. während der Verfestigung der Polymere zu einem Film entfernt. Die wesentliche Hürde, dass ein bereits

aufgebautes Polymer nur schwerlich als kontinuierliche Phase einer Dispersion verwendbar ist, wird dadurch gelöst, dass das Polymer bereits gelöst in einem Lösemittel bereitgestellt wird, welches mit der dispersen Phase der Emulsion nicht mischbar ist.

**[0016]** Nachfolgend werden die einzelnen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung im Detail beschrieben.

#### Definitionen

**[0017]** Ein "Polymer" ist eine chemische Verbindung, die aus kettenförmigen oder verzweigten Molekülen (Makromolekülen) besteht, die aus den gleichen, gleichartigen oder verschiedenen Einheiten bzw. Monomeren bestehen. Im einfachsten Fall besteht das Makromolekül nur aus einer einzigen Art von Monomeren ("Homopolymer"). Polymere enthalten mindestens drei gleiche Monomer-Einheiten. Eine Monomer-Einheit im Sinne dieser Begriffsbestimmung ist die gebundene Form eines Monomers in einem Polymer.

**[0018]** Ein "Copolymer" ist aus verschiedenen Monomeren aufgebaut, die im Makromolekül statistisch verteilt, regelmäßig verteilt oder in Blöcken vorliegen können. Die Bezeichnung "statistisches Copolymer" beinhaltet im Sinne dieser Erfindung nicht nur solche Copolymere, in denen die bei der Polymerisation eingesetzten Comonomere rein statistisch eingebaut sind, sondern auch solche, bei denen Gradienten in der Comonomerzusammensetzung und/oder lokale Anreicherungen einzelner Comonomersorten in den Polymerketten vorkommen. Einzelne Polymerblöcke können als Copolymerblock (statistisch oder alternierend) aufgebaut sein.

**[0019]** Unter einer "Polymerlösung" oder auch "Polymerdispersion" bzw. "Polymerlatex" soll ein homogenes Gemisch von Polymerteilchen mit dem ersten Lösemittel verstanden werden, wobei die Polymerteilchen im Wesentlichen als vereinzelte Moleküle innerhalb des Lösemittels vorliegen. Hierunter fallen erfindungsgemäß auch kolloidale Lösungen, bei denen Gruppen von Molekülen im Lösemittel verteilt vorliegen. Das Lösemittel selbst kann auch wieder als Lösung vorliegen. Das Lösemittel geht keine chemische Reaktion mit dem Polymer ein. Bevorzugt ist eine "Polymerlösung" eine echte Lösung auf molekularer Basis.

**[0020]** Ein "Elastomer" besteht grundsätzlich aus Polymerketten (je nach chemischem Aufbau), die nur weitmaschig vernetzt sind. Beim Anlegen von geringen äußeren Kräften im Gebrauchstemperaturbereich gleiten die Polymerketten gegeneinander ab, wobei die Vernetzungsbindungen zwar gestreckt werden, aber jedoch miteinander verbunden bleiben und eine Rückstellkraft besitzen. Die Vernetzung kann chemisch oder physikalisch vorliegen, wobei unter letzteres auch die Vernetzung durch Verschlaufungen der Molekülketten fällt, daraus resultierend, dass das Gewichtsmittel  $M_w$  des Elastomers zumindest dem 5fachen, vorzugsweise dem 25fachen Entanglementmolekulargewicht entspricht. Elastomere besitzen in der Regel einen Elastizitätsmodul von weniger als 1 MPa.

**[0021]** Weiterhin sind "Thermoplaste" zu nennen, die aus linearen oder verzweigten Polymerketten (je nach chemischem Aufbau) aufgebaut sind und nur durch physikalische oder chemisch koordinative Bindungen (d. h. ohne kovalente chemische Vernetzung) miteinander verbunden sind. Oberhalb der Schmelztemperatur werden die Bindungen weitgehend aufgehoben, so dass die Polymerketten gegeneinander abgleiten können und das Polymer plastisch verformbar wird. Beim Abkühlen werden die Bindungen wieder aufgebaut.

**[0022]** Bei thermoplastischen Elastomeren liegt die Vernetzung thermisch reversibel, in der Regel physikalisch, vor. Der Elastizitätsmodul dieser Thermoplaste liegt im elastomertypischen Bereich. Sie unterscheiden sich von weichen Thermoplasten durch die elastomertypische Rückstellkraft.

**[0023]** Unter "Mischbarkeit" soll verstanden werden, dass bei der Vermengung von mindestens zwei verschiedenen Flüssigkeiten diese sich vollständig unter Bildung einer einzigen homogenen Phase mischen.

**[0024]** Unter einer "Emulsion" soll ein fein verteiltes Gemisch zweier normalerweise nicht mischbarer Flüssigkeiten (ohne sichtbare Entmischung) verstanden werden. Die eine Flüssigkeit (Phase) bildet kleine Tröpfchen, verteilt in der anderen Flüssigkeit. Die Phase, die Tröpfchen bildet, nennt man "innere Phase" oder auch "disperse Phase". Die Phase, in der die Tröpfchen schwimmen, wird "äußere Phase" oder "kontinuierliche Phase" genannt.

**[0025]** Ein "Emulgator" oder auch "Tensid" hat die Eigenschaft, die Grenzflächenspannung zwischen zwei nicht miteinander mischbaren Phasen herabzusetzen.

**[0026]** Ein "Abdeckmaterial" oder auch "Trennmaterial", "Liner" bzw. "Releaseliner" dient zur Abdeckung von ein- oder doppelseitig klebenden Folien. Dieses ist nicht Bestandteil einer klebenden Folie, sondern nur ein Hilfsmittel für dessen Herstellung, Lagerung oder für die Weiterverarbeitung. Ebenso ist der Verbund zwischen Abdeckmaterial und klebender Folie nur temporär und nicht dauerhaft.

**[0027]** Unter einem "mikrozellulären Emulsionsschaum" soll ein Schaum mit zelliger Struktur verstanden werden, wobei die zellige Struktur durch mittlere Porendurchmesser von unter 100 µm, bevorzugt in einem Bereich von 500 nm bis 10 µm, wenn sehr feinzellige Schäume gewünscht sind, sowie in einem Bereich von 10 µm bis 100 µm, wenn sehr grobzellige Schäume gewünscht werden, gekennzeichnet ist. Für mikrozelluläre Schichten in Klebebändern ist ein mittlerer Porendurchmesser von 1 µm bis 20 µm bevorzugt.

**[0028]** Ein Stoff liegt "fest" bzw. "im festen Aggregatzustand" vor, wenn er in einem Zustand vorliegt, in dem er im Wesentlichen sowohl Form als auch Volumen beibehält. Dies umfasst sowohl kristalline als auch amorphe Festphasen.

**[0029]** "Offenzellig" bedeutet im Sinne der vorliegenden Erfindung, dass die Zellwände des Emulsionsschaums nicht geschlossen sind, d. h. dass grundsätzlich Flüssigkeiten aufgenommen werden können. Im Gegensatz dazu sind geschlossenzellige Emulsionsschäume zu nennen, worin die Wände zwischen den einzelnen Zellen komplett geschlossen sind, d. h. grundsätzlich keine Flüssigkeiten aufgenommen werden können. Gemischtzellige Schaumstoffe enthalten beide Arten von Zellen.

**[0030]** Unter "Anisotropie" bzw. "anisotropem Querschnitt" ist die Richtungsabhängigkeit einer Eigenschaft, wie z. B. der offenzelligen bzw. geschlossenzelligen Struktur des erfindungsgemäßen Emulsionsschaums, zu verstehen. Im Gegensatz hierzu ist "Isotropie", d. h. die Richtungsunabhängigkeit einer Eigenschaft, zu nennen.

#### Emulsion zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform

**[0031]** In einer Ausführungsform umfasst die erfindungsgemäße Emulsion eine flüssige, disperse und eine flüssige, kontinuierliche Phase sowie einen Emulgator, wobei die flüssige, kontinuierliche Phase eine Lösung zumindest eines Polymers in einem ersten Lösemittel umfasst, wobei die flüssige, disperse Phase ein zweites Lösemittel umfasst, das nicht mit dem ersten Lösemittel mischbar ist, und wobei das ungelöste Polymer bei einer Temperatur von 23°C und einem Druck von 1013 mbar in einem festen Aggregatzustand vorliegt. Der Siedepunkt des zweiten Lösemittels muss bei einem Druck von 1013 mbar (i) im selben Bereich bzw. oberhalb ( $\geq$ ) des Siedepunkts des ersten Lösemittels und (ii) im selben Bereich bzw. unterhalb ( $\leq$ ) der Schmelztemperatur des Polymers liegen. "Im selben Bereich" bedeutet, dass sich der Siedepunkt/Schmelzpunkt bei einem Druck von 1013 mbar um weniger als 5°C (d. h.  $\pm 5^\circ\text{C}$ ) unterscheidet.

**[0032]** Ohne an diese Theorie gebunden zu sein, wird angenommen, dass zunächst im Wesentlichen das erste Lösemittel verdunstet, so dass die Polymerteilchen enger zusammenrücken, bis die Teilchen sich berühren und/oder ineinander verschlaufen und sich ein Film ausbildet. Im Wesentlichen heißt hier, dass ein gleichzeitiges Verdunsten des zweiten Lösemittels nicht ausgeschlossen ist, aber in geringerem Maße stattfindet als das Verdunsten des ersten Lösemittels. Sind bei kolloidalen Lösungen oder Polymeremulsionen die Polymerteilchen ausreichend verformbar, so werden sie durch die wirkenden Kräfte deformiert und verschmelzen schließlich zu einem durchgehenden Film. Das zweite Lösemittel verdunstet gleichzeitig bzw. nach dem ersten Lösemittel, so dass beim Eintrocknen des Polymerfilms das zweite Lösemittel bzw. die disperse Phase der Emulsion die endgültige Porengröße im Emulsionsschaum bestimmt. Für eine ausreichende Stabilität des erhaltenen mikrozellulären Schaums liegt zudem die Temperatur, insbesondere die Temperatur des Polymers, bei der Verfestigung unterhalb der Schmelztemperatur des Polymers (so dass damit das zweite Lösemittel unterhalb dieser Temperatur verdunstet). Liegt die Polymertemperatur bei der Verfestigung oberhalb der Schmelztemperatur des Polymers, so verschmelzen die Schaumporen und es wird kein mikrozellulärer Emulsionsschaum erhalten.

**[0033]** In einer weiteren erfindungsgemäßen Ausführungsform ist innerhalb der flüssigen, dispersen Phase eine weitere flüssige Phase dispergiert, so dass eine Öl-Wasser-Öl- bzw. eine Wasser-Öl-Wasser-Emulsion vorliegt.

#### Polymer

**[0034]** Als das zumindest eine Polymer können alle dem Fachmann bekannten, als Lösung bereitstellbaren Polymere eingesetzt werden, die bei Raumtemperatur (23°C) und Umgebungsdruck (1013 mbar) fest vorlie-

gen. Das Polymer kann von linearer, verzweigter, sternförmiger oder gepropfter Struktur sein und als Homopolymer, als statistisches Copolymer, als alternierendes oder als Block-Copolymer aufgebaut sein.

**[0035]** Bevorzugt werden Polymere verwendet, die für die Herstellung von Polymerfolien eingesetzt werden. Beispiele, die aber nicht als einschränkend verstanden werden sollen, schließen ein: Polyethylen (PE); Polypropylen (PP); Cyclische Olefin-Copolymere (COC); Polyvinylchlorid (PVC); Polyester, insbesondere Polyethylenterephthalat (PET) und Polyethylennaphtalat (PEN); Ethylenvinylalkohol (EVOH); Polyvinylidenchlorid (PVDC); Polyvinylidenfluorid (PVDF); Perfluor(ethylen-propylen) (FEP, "fluorinated ethylene propylene"); Tetrafluorethylen-hexafluorpropylen-vinyliden-fluorid (THV); Perfluoroalkoxy-Polymer (PFA); Poly(ethylen-tetrafluorethylen) (ETFE); Poly(chlortrifluorethylen) (PCTFE); Poly(ethylen-chlortrifluorethylen) (ECTFE); Polyacrylnitril (PAN); Polycarbonat (PC); Polyamid (PA); Polyethersulfon (PES); Polyetherimid (PEI) Polymethylmethacrylat (PMMA); Polylactid (PLA); Polystyrol (PS); Polyetheretherketon (PEEK); Polyacrylat (PAR); Polyurethan (PUR) und/oder Polyimid (PI) sowie deren Co- und Terpolymere.

**[0036]** Insbesondere ist das zumindest eine Polymer ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Polyethylen (PE); Polypropylen (PP); Polyvinylchlorid (PVC); Ethylenvinylalkohol (EVOH); Polyvinylidenchlorid (PVDC); Polyvinylidenfluorid (PVDF); Perfluor(ethylen-propylen) (FEP); Poly(tetrafluorethylen-hexafluorpropylen-vinyliden-fluorid) (THV); Perfluoroalkoxy-Polymer (PFA); Poly(ethylen-tetrafluorethylen) (ETFE); Poly(chlortrifluorethylen) (PCTFE); Poly(ethylen-chlortrifluorethylen) (ECTFE); Polyurethan (PUR) und/oder Polyamid (PA). Diese Polymere weisen ein vergleichsweise niedriges Elastizitätsmodul auf, können Spannungen beim Herstellprozess daher durch Dehnung leichter ausgleichen und sind daher besonders geeignet.

**[0037]** Bevorzugt weist das Polymer einen Elastizitätsmodul unterhalb von 500 MPa, stärker bevorzugt von weniger als 200 MPa und ganz besonders bevorzugt von weniger als 50 MPa auf.

**[0038]** Bevorzugt ist das zumindest eine Polymer ein Elastomer. Als Elastomere können beispielsweise, ohne Beschränkung, Elastomere auf der Basis von Acrylaten und/oder Methacrylaten; Polyurethanen; Naturkautschuken; Synthesekautschuken, wie Butyl-, (Iso)-Butyl-, Nitril- oder Butadienkautschuke; Styrolblockcopolymeren mit einem Elastomerblock aus ungesättigten oder teilweise oder vollständig hydrierten Polydienblöcken (Polybutadien, Polyisopren, Poly(iso)butylen, Copolymeren aus diesen sowie weitere, dem Fachmann geläufige Elastomerblöcke); Polyolefinen, insbesondere  $\alpha$ -Polyolefinen; Fluorpolymeren und/oder Silikonen eingesetzt werden.

**[0039]** Werden Kautschuk oder Synthesekautschuk oder daraus erzeugte Verschnitte eingesetzt, dann kann der Naturkautschuk grundsätzlich aus allen erhältlichen Qualitäten, wie zum Beispiel Crepe-, RSS-, ADS-, TSR- oder CV-Typen, je nach benötigtem Reinheits- und Viskositätsniveau, gewählt werden. Synthesekautschuk oder die Synthesekautschuke aus der Gruppe der statistisch copolymerisierten Styrol-Butadien-Kautschuke (SBR), der Butadien-Kautschuke (BR), der synthetischen Polyisoprene (IR), der Butyl-Kautschuke (IIR), der halogenierten Butyl-Kautschuke (XIIR), der Acrylat-Kautschuke (ACM), der Ethylenvinylacetat-Copolymere (EVA) oder der Polyurethane und/oder deren Verschnitten sind bevorzugt.

**[0040]** "Auf der Basis von" oder "auf der Grundlage von" bedeutet hier, dass die Eigenschaften einer Polymermischung zumindest stark von den grundlegenden Eigenschaften dieses Polymers (dem so genannten "Basispolymer") bestimmt werden, wobei selbstverständlich nicht ausgeschlossen ist, dass diese durch Verwendung von modifizierenden Hilfs- oder Zusatzstoffen oder von weiteren Polymeren in der Zusammensetzung zusätzlich beeinflusst werden. Insbesondere kann dies bedeuten, dass der Anteil des Basispolymers an der Gesamtmasse der polymeren Phase mehr als 50 Gew.-% beträgt.

**[0041]** Besonders bevorzugt ist das Elastomer ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Acrylaten und/oder Methacrylaten; Polyurethanen; Naturkautschuken; Synthesekautschuken, wie z. B. Butyl-, (Iso)Butyl-, Nitril- oder Butadienkautschuke; Styrolblockcopolymeren; Polyolefinen, insbesondere  $\alpha$ -Polyolefine und Polyethylen niedriger Dichte ( $< 0,89 \text{ g/m}^3$ ); Fluorpolymeren und Silikonen sowie deren Co- und Terpolymeren (auch unter Einbeziehung anderer Polymere). Aufgrund der elastomeren Eigenschaft können Spannungen, die aufgrund der Volumenverringerng beim Herstellprozess auftreten, leichter ausgeglichen werden, so dass weniger Risse entstehen.

**[0042]** Besonders bevorzugt ist das Elastomer ein Vinylaromatenblockcopolymer. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform enthalten die Elastomere Polymerblöcke, die aus Vinylaromaten gebildet sind, insbesondere aus Styrol. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform enthalten die Elastomere Polymerblöcke, die durch Polymerisation von 1,3-Dienen, insbesondere Butadien und/oder Isopren, gebildet sind, und/

oder spezifisch oder vollständig hydrierte Polymerblöcke. Der Polyvinylaromatenanteil der Blockcopolymere beträgt bevorzugt 10 Gew.-% bis 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Polymers. Diese Elastomere lassen sich besonders leicht in Lösung bringen.

**[0043]** Weiter bevorzugt ist das Elastomer ein Copolymer des Polyethylens, insbesondere Ethylenvinylacetat (EVA), Ethylen-ethylacetat (EEA), Ethylen-acrylsäure-copolymer (EAA), Ethylen-butylacrylat (EBA) und Ethylen-methylacrylat (EMA) oder ein Ionomer. Diese Elastomere lassen sich leicht in Lösung bringen und zudem vernetzen.

**[0044]** In der erfindungsgemäßen Emulsion können ein oder mehrere Polymere in der Polymerlösung eingesetzt werden.

**[0045]** Das Polymer weist bevorzugt ein Molekulargewicht ( $M_w$ ) von mehr als 5000 g/mol auf.

**[0046]** Je nachdem welches Polymer eingesetzt wird, können offenzellige oder geschlossenzellige Schäume hergestellt werden. Ohne an eine Theorie gebunden zu sein, werden offenzellige Schäume bevorzugt mit einem Polymer erhalten, das durch eine geringe Bruchdehnung und/oder ein hohes E-Modul gekennzeichnet ist, wie z. B. eine Bruchdehnung kleiner als 700% und/oder einem E-Modul von größer als 5 MPa.

**[0047]** Ein "amphiphiles Polymer" steht hierin für ein Polymer mit sowohl hydrophilen als auch lipophilen Endgruppen. Damit ist ein amphiphiles Polymer im Sinne der Erfindung dadurch gekennzeichnet, dass die lipophilen Endgruppen im ersten (bevorzugt unpolaren) Lösungsmittel, wie nachfolgend definiert, löslich sind und die hydrophilen Endgruppen im zweiten (bevorzugt polaren) Lösungsmittel, wie nachfolgend definiert, löslich sind. Ein amphiphiles Polymer gilt folglich selbst als Emulgator.

Das erste Lösemittel zur Lösung des Polymers (kontinuierliche Phase der Emulsion)

**[0048]** Als erstes Lösemittel der erfindungsgemäßen Emulsion können alle dem Fachmann bekannten Lösemittel verwendet werden. Insbesondere kann das erste Lösemittel, ohne Beschränkung, ausgewählt werden aus: Aceton; Acetonitril; Benzin; 1-Butanol; Chlorbenzol; Chloroform (Trichlormethan); Cyclohexan; Diethylether; Diethylcarbonat (Kohlensäurediethylester); Diisopropylether; Dimethylcarbonat; 1,4-Dioxan; Essigsäure; Essigsäureanhydrid; Essigsäureethylester (Ethylacetat; Essigester); Essigsäure-n-butylester (n-Butylacetat); Essigsäurepentylester (Isoamylacetat); Essigsäure-tert.-butylester (t-Butylacetat); Ethanol; Ethylcyclohexan; Ethylmethylcarbonat; n-Hexan; n-Heptan; 3-Hexanon; 2-Propanol (Isopropanol); 1-Methoxy-2-propanol (Propylen-glykolmonomethyl-ether); 3-Methyl-1-butanol (Isoamylalkohol); Methylcyclohexan; Methylenchlorid (Dichlormethan); Methyl-ethyl-ke-ton (Butanon); Methylisobutylketon; 3-Methylpentan; Methyl-propyl-carbonat; 2-Methyl-pyridin; Nitromethan (Nitrocarbol); 1-Nitropropan; n-Pentan; 2-Pentanon; 3-Pentanon; Petrolether (Leichtbenzin); Propanol; Pyridin (Azin); tert-Butylmethylether; Tetrachlorethen (Perchlorethen); Tetrahydrofuran; Toluol; Trichlorethan; Triethylamin; Trifluoressigsäure und/oder Xylol.

**[0049]** Vorteilhaft sind Lösemittel, die ihren Siedepunkt bei einem Druck von 1013 mbar bei einer Temperatur unterhalb von 150°C, bevorzugt unterhalb von 100°C, aufweisen, da diese leichter entfernt werden können.

**[0050]** Bevorzugt sind weiterhin Lösemittel, die bei einer Temperatur von 70°C einen Sättigungsdampfdruck oberhalb dem von Wasser aufweisen. Damit verdampft das zum Lösen des Polymers verwendete erste Lösemittel beim Herstellverfahren eher als das bevorzugt als disperse Phase eingesetzte Wasser (zweites Lösemittel).

**[0051]** Das Verhältnis des ersten Lösemittels zum Polymer in der Polymerlösung hängt von der Löslichkeit des Polymers im Lösemittel ab. So kann das Gewichtsverhältnis Polymer/erstes Lösemittel von etwa 1:100 bis etwa 3:1 reichen. Die untere Grenze für den Lösemittelanteil ist durch den hohen, zu entfernenden Lösemittelanteil und die sich ergebende geringe Schichtdicke des Schaums gegeben. Die obere Grenze durch die hohe Viskosität der daraus hergestellten Emulsion, die eine Beschichtung erschwert.

**[0052]** Bevorzugt ist ein Gewichtsverhältnis, das nahe an der maximalen Löslichkeit des Polymers im ersten Lösemittel liegt, da dann nur eine geringe Lösemittelmenge entfernt werden muss. Daraus ergibt sich ein bevorzugter Bereich von 1:20 bis 1:1. Besonders bevorzugt liegt das Gewichtsverhältnis Polymer/erstes Lösemittel bei 1:3 bis 1:1,25.

**[0053]** Durch eine geringere Verdünnung des Polymers und damit einer höheren Viskosität der Polymerlösung kann zudem die Porengröße des erfindungsgemäßen Emulsionsschaums beeinflusst werden. Mit einer höheren Verdünnung des Polymers können größere Poren erzielt werden, die zudem umso mehr dazu neigen, geschlossenzelligen Charakter zu haben. Dagegen können durch eine geringe Verdünnung des Polymers und ein hohes Wasser-Öl-Verhältnis sehr kleine Poren hergestellt werden, die über Kanäle miteinander verbunden sind (d. h. eine offenzellige Struktur aufweisen).

#### Zweites Lösemittel (disperse Phase der Emulsion)

**[0054]** Das zweite Lösemittel kann jede Flüssigkeit sein, die bei 23°C und 1013 mbar bei einem Anteil von mehr als 10 Gew.-%, insbesondere bei einem Anteil von mehr als 2 Gew.-%, im für die Polymerlösung verwendeten, ersten Lösemittel eine eigene Phase ausbildet, d. h. nicht mit diesem mischbar ist.

**[0055]** Ein Maß für die Mischbarkeit der beiden Lösemittel im Sinne der Erfindung ist die Polarität der Flüssigkeiten. Bevorzugt weisen die jeweiligen polaren Anteile  $\delta_p$  des Hansen-Löslichkeitsparameters des ersten Lösemittels und des zweiten Lösemittels eine Differenz von mehr als 10 MPa, besonders bevorzugt von mehr als 15 MPa, auf.

**[0056]** Da die Messung sehr aufwändig ist, werden die Werte der Fachliteratur entnommen (siehe Charles Hansen: "Hansen solubility parameters: A user's handbook", 2. Auflage, CRC Press, Boca Raton, 2007). Alternativ werden die Löslichkeitsparameter nach der "Group-Contribution"-Methode nach Costas Panayiotou et al. berechnet (siehe Emmanuel Stefanis, Costas Panayiotou: "Prediction of Hansen solubility parameters with a new group-contribution method", Int. J. Thermophys. 2008, Band 29, Seite 568 bis 585).

**[0057]** Bevorzugt ist das zweite Lösemittel aus der Gruppe, bestehend aus Nitromethan, Acetonitril, Formamid, Pyruvonnitril, Wasser, Thiazol oder Propylen-Carbonat, ausgewählt. Diese besitzen eine hohe Polarität und einen hohen Siedepunkt.

**[0058]** Besonders bevorzugt ist das zweite Lösemittel Wasser. Aufgrund der hohen Polarität ist Wasser mit einer Vielzahl von organischen Lösemitteln nicht mischbar und besitzt zudem einen Siedepunkt oberhalb einer Vielzahl von Lösemitteln.

**[0059]** In einigen Ausführungsformen kann Wasser aber auch als erstes Lösemittel für das Polymer eingesetzt werden, z. B. für Polyvinylalkohol, so dass, in diesen Ausführungsformen, ein organisches Lösemittel als zweites Lösemittel gewählt werden sollte.

**[0060]** Das Gewichtsverhältnis des zweiten Lösemittels zum Polymer bestimmt die sich ergebende Schaumdichte und kann in einem Bereich etwa von 5:95 bis 95:5 variiert werden. Ein bevorzugter Bereich für Schäume geringer Dichte ist der Bereich von 90:10 bis 70:30. Werden Schäume mittlerer Dichte gewünscht, ist der Bereich von 70:30 bis 40:60. Für Schäume höherer Dichte ist der Bereich 40:60 bis 10:90 bevorzugt.

**[0061]** Der Anteil des ersten Lösemittels ist für die sich ergebende Schaumdichte in einem bevorzugten Fall unerheblich, da dieses bei der hier bevorzugten Verfahrensführung ohne Bildung von Vakuolen (Blasen) entfernt wird. Auch das zweite Lösemittel wird in einer bevorzugten Verfahrensführung ohne die Bildung von über die dispersen Anteile hinausgehenden Dampfblasen entfernt.

**[0062]** Bei der Zugabe des zweiten Lösemittels bei der Herstellung der Emulsion ist zu beobachten, dass die Viskosität der Dispersion mit zunehmendem Anteil des zweiten Lösemittels oft deutlich ansteigt. Dies kann zu Problemen führen, wenn die Viskosität den Punkt überschreitet, ab dem sich die Emulsion nur noch schwer vermischen lässt. Dann kann keine gleichmäßige Dispersion mehr gewährleistet werden, da restliches zweites Lösemittel nicht mehr genügend mit der Polymerlösung vermischt und die Tröpfchen nicht mehr aufgebrochen werden können. Bevorzugt beträgt daher das Gewichtsverhältnis des zweiten Lösemittels zur Polymerlösung weniger als 50:50.

#### Emulgator

**[0063]** Die erfindungsgemäße Emulsion enthält in einer bevorzugten Ausführungsform einen Emulgator, der die Tröpfchenbildung der dispersen Phase in der kontinuierlichen Phase erleichtert und zudem einer Entmischung (Phasentrennung) entgegenwirkt. Zusätzlich können zur Stabilisierung einer Emulsion Hydrokolloide oder andere Kolloidbildner, insbesondere makromolekulare Kolloidbildner für Lösemittel, als Stabilisatoren



eingesetzt werden. Diese Stoffe erhöhen die Viskosität der kontinuierlichen Phase und verzögern dadurch das Brechen der Emulsion.

**[0064]** Die wichtigsten Größen bei der Betrachtung einer Emulsion sind das Phasenvolumenverhältnis (der Quotient aus dem Volumen der inneren, dispersen Phase zu dem der äußeren, kontinuierlichen Phase), der volumengemittelte Teilchendurchmesser ( $D_m$ ) der dispersen Phase sowie die Teilchengrößenverteilung.

**[0065]** Das Phasenvolumenverhältnis liegt normalerweise im Bereich von etwa 93:7 bis zu 1:99.

**[0066]** Der volumengemittelte Teilchendurchmesser ( $D_m$  oder  $D_{50}$ ) der dispersen Phase in Emulsionen liegt normalerweise zwischen 100 nm und 1 mm. Erfindungsgemäß liegt der Teilchendurchmesser bevorzugt in einem Bereich von 500 nm bis 10  $\mu\text{m}$ , falls sehr feinzellige Schäume gewünscht sind, oder in einem Bereich von 10  $\mu\text{m}$  bis 100  $\mu\text{m}$ , falls sehr grobzellige Schäume gewünscht werden. Für mikrozelluläre Schäume in Klebebändern ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 1  $\mu\text{m}$  bis 20  $\mu\text{m}$  bevorzugt. Aus dem Teilchendurchmesser der Emulsionen ergibt sich auch die Verteilung der Schaumporengrößen, die damit bevorzugt in den gleichen Größenordnungen liegen.

**[0067]** Die Teilchengröße von Emulsionen wird in der Regel mittels Laserbeugung und nachfolgender Auswertung nach Mie (ISO 13320) oder dynamischer Lichtstreuung (ISO 13321) bestimmt. Die erfindungsgemäßen Emulsionen weisen in der Regel eine monomodale Teilchengrößenverteilung auf, aber auch bi- oder multimodale Verteilungen sind möglich. Als Maß für die Teilchengrößenverteilung wird in der Regel der Quantilsabstand zwischen  $D_{10}$  (d. h. 10% des Volumens der Emulsion liegen unterhalb dieses Durchmessers) und  $D_{90}$  (10% des Volumens der Emulsion liegen oberhalb dieses Durchmessers) herangezogen. Als Maß für die Güte der Verteilung lässt sich daraus der Variationskoeffizient als der halbierte Quantilsabstand geteilt durch  $D_{50}$  berechnen. Für übliche Emulsionen liegt dieser im Bereich von kleiner 0,1 bis größer 15. Für erfindungsgemäße Emulsionen liegt dieser bevorzugt zwischen 0,1 und 2.

**[0068]** Bei der dynamischen Lichtstreuung wird als Maß für die Teilchengrößenverteilung der Polydispersitätsindex nach der Kumulantenmethode bestimmt. Dieser reicht in der Regel von kleiner 0,05 für eine enge Verteilung bis zu größer 0,7 für eine sehr breite Verteilung. Für erfindungsgemäße Emulsionen liegt dieser bevorzugt zwischen 0,1 und 0,5.

**[0069]** Erfindungsgemäß können prinzipiell alle dem Fachmann bekannten Emulgatoren verwendet werden. Die Auswahl hängt von den verwendeten Komponenten ab, insbesondere, ob die disperse Phase hydrophil oder hydrophob ist.

**[0070]** Durch Eintragung von mechanischer Energie wird eine Phase (disperse Phase) in einer anderen Phase (kontinuierliche Phase) dispergiert. Mit Hilfe der mechanischen Energie wird die Grenzflächenspannung überwunden und dadurch die Grenzfläche aufgebrochen. Es bilden sich anschließend neue Grenzflächen, in Form von kleinen Tropfen, die durch Scherung immer weiter aufgebrochen werden und dadurch immer kleiner werden bis zu einer bestimmten Größe. Aufgrund von Dichteunterschieden ist es nötig, eine bestimmte Tröpfchengröße zu erreichen, da sich die Phasen sonst wieder entmischen. Der Emulgator lagert sich dabei stets an die neu gebildete Grenzfläche an und verhindert dadurch einen Zusammenschluss der Tropfen (Koaleszenz), auf diese Weise wird eine Emulsion stabiler.

**[0071]** Eine wichtige Größe zur Charakterisierung der Emulgatoren stellt der HLB-Wert (steht für "hydrophilic lipophilic balance") dar. Dieser wurde eingeführt, um eine bessere Quantifizierung der Eigenschaften von Emulgatoren zu gewährleisten. Dabei gibt der HLB-Wert an, wie ausgeprägt das Gleichgewicht zwischen hydrophilem Kopfteil und hydrophobem Kohlenwasserstoffrest des Emulgators ist.

**[0072]** Hierzu wurde eine willkürliche Skalierung zwischen 0 und 20 gewählt, welche die bevorzugte Löslichkeit in hydrophoben Medien (Öl: HLB = 0) oder in hydrophilen Medien (Wasser: HLB = 20) angibt. Der HLB-Wert kann rechnerisch mit Hilfe der folgenden Gleichung ermittelt werden:

$$\text{HLB} = 20 \cdot \frac{M_h}{M}$$

$M_h$ : Molmasse des hydrophilen Molekülbereichs;  
 M: Gesamt molmasse.

**[0073]** In einer Ausführungsform ist die erfindungsgemäße Emulsion eine stabile Wasser-in-Öl-Emulsion, wobei ein Emulgator mit einem HLB-Wert im Bereich 3–8 bevorzugt ist. In einer anderen Ausführungsform ist die erfindungsgemäße Emulsion eine Öl-in-Wasser-Emulsion, wobei ein Emulgator mit einem HLB-Wert im Bereich von 8 – 18 bevorzugt ist. Ist kein Emulgator mit dem gewünschten HLB-Wert vorhanden, so ist es möglich durch eine Mischung zweier verschiedener Emulgatoren, deren HLB-Werte bekannt sind, den gewünschten HLB-Wert zu erreichen. Voraussetzung dafür ist, dass der gewünschte HLB-Wert zwischen den HLB-Werten der zur Verfügung stehenden Emulgatoren liegt. Das Mischungsverhältnis kann dann mit Hilfe folgender Gleichung berechnet werden:

$$HLB_{\text{mix}} = w_1 \cdot HLB_1 + (1 - w_1) \cdot HLB_2,$$

wobei  $w_1$  der Gewichtsanteil des einen Emulgators in der Gesamtmischung ist.

**[0074]** Mit nachfolgender Gleichung ist es anschließend möglich, den Massenanteil des zweiten Emulgators zu berechnen, um das exakte Mischungsverhältnis zu erhalten:

$$w_2 = 1 - w_1$$

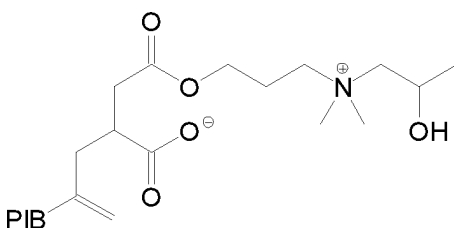
**[0075]** Bevorzugt ist die erfindungsgemäße Emulsion eine Emulsion einer hydrophilen, dispersen Phase in einer hydrophoben Lösung des Polymers. Solche Emulsionen werden allgemein unter den Oberbegriff "Wasser-in-Öl-Emulsion" (W/O-Emulsion) gefasst.

**[0076]** Entsprechend ist bevorzugt, dass der Emulgator in der Ölphase, die zur Bildung der Emulsion verwendet wird, löslich ist. Der Emulgator kann nichtionisch, kationisch, anionisch oder amphoter sein, vorausgesetzt, der Emulgator (oder eine Kombination von Emulgatoren) ist wirksam bei der Bildung einer stabilen W/O-Emulsion mit einer großen inneren Phase. Entsprechend für W/O-Emulsionen geeignete Emulgatoren werden genannt in "Heusch, R.: Emulsions, in: Ullmanns Encyclopedia of Industrial Science, Wiley 2000, DOI: 10.1002/14356007.a09\_297, S. 473 bis 485".

**[0077]** Besonders bevorzugte Emulgatoren, die eingesetzt werden können, schließen, ohne Beschränkung, Sorbitanfettsäureester, Polyglycerolfettsäureester, Polyglycerolfettsäureester, Polyoxyethylenfettsäuren und -ester, insbesondere Sorbitanfettsäureester, wie Sorbitanmonolaurat ("SPAN® 20"), Sorbitanmonooleat ("SPAN® 80") und Kombinationen von Sorbitantrioleat ("SPAN® 85"), ein. Die Kombination von Sorbitanmonooleat und Sorbitantrioleat liegt bevorzugt in einem Gewichtsverhältnis von größer als oder gleich etwa 3:1, stärker bevorzugt etwa 4:1. Weitere geeignete Emulgatoren sind der Polyglycerolester "TRIODAN® 20" (erhältlich bei Grindsted) und das Sorbitansesquioleat "EMSORB 252" (erhältlich bei Henkel) sowie PEO-PPO-PEO-Blockcopolymere, wie z. B. Pluronic® (erhältlich bei BASF).

**[0078]** Besonders bevorzugt werden Emulgatoren aus der Gruppe, bestehend aus Succinimid, Succinamid, Polyisobutanamid, Polyisobutylsuccinimid, (Poly)Glycerol, Alkylphenol, Fettsäurealkanolamid, disproportionierte Abietinsäure, Alkylsulfonat, perfluoriertem Alkylsulfonat, Phosphorsäureester von Glycolen oder Glyceriden, Phosphonat, Phosphinat, Alkylimidazolium und ggf. dessen Salzen, ausgewählt.

**[0079]** Ganz besonders bevorzugt werden Emulgatoren auf der Basis von Poly(iso)butylen eingesetzt. Diese sind besonders zur Herstellung von Emulsionen aus gelösten Elastomeren, insbesondere solchen auf Polyolefinbasis, geeignet. Das Poly(iso)butylen liegt darin in einem zahlengemittelten Molekulargewicht  $M_w$  von etwa 300 bis 4000 g/mol vor. Geeignete Emulgatoren auf der Basis von Poly(iso)butylen (PIB) werden in der Internationalen Patentanmeldung mit der Veröffentlichungsnummer WO 2012/0177529 A1 beschrieben. Bevorzugt ist bernsteinsäureanhydrid- oder bernsteinsäureimidmodifiziertes Poly(iso)butylen (PIBSA, PIBSI), welches mit sauerstoff- oder stickstoffhaltigen Gruppen, z. B. Aminoalkohol, umgesetzt wurde, als Emulgator im Sinne der Erfindung geeignet, insbesondere der folgende Emulgator:



wobei PIB für Polyisobutylen mit einem zahlengemittelten Molekulargewicht von 350 bis 5000 g/mol, bevorzugt 550 bis 3000 g/mol und stärker bevorzugt 750 bis 2500 g/mol steht.

**[0080]** Solche Emulgatoren werden z. B. von den Firmen Lubrizol (ADER), Soltex (PCA), Chevron (Oronite), Clariant Mining und Dover Chemical (Doversperse) angeboten. In der Mehrzahl liegen diese Emulgatoren als Succinimide oder Succinate vor. Diese sind besonders bevorzugt.

**[0081]** Der Gehalt des Emulgators liegt zwischen 0,1 und 40 Gew.-%, bevorzugt zwischen 0,5 und 20 Gew.-%, besonders bevorzugt zwischen 1 und 10 Gew.-%, bezogen auf das Polymer in der Ölphase, d. h. in der kontinuierlichen Phase. Ist der Emulgator selbst ein bei Raumtemperatur festes Polymer ("amphiphiles Polymer"), wie z. B. EasySpere P-20 der Fa. Ashland (ein kombinierter Polyvinylpyrrolidon (PVP) und Methylvinylether/Maleinsäure Halbester), kann der Gehalt auch wesentlich höher liegen, und in einer besonderen Ausführung den gesamten Polymeranteil umfassen.

**[0082]** Bezogen auf die Polymerlösung hat sich ein Emulgatorgehalt von mehr als 2 Gew.-% als bevorzugt herausgestellt.

#### Weitere Additive

**[0083]** Die innere (wässrige) Phase enthält vorzugsweise einen wasserlöslichen Elektrolyt zur Stabilisierung der Emulsion. Geeignete Elektrolyte schließen anorganische Salze, insbesondere einwertige, zweiwertige, dreiwertige Salze oder Mischungen hiervon, beispielsweise Alkalimetallsalze, Erdalkalimetallsalze und Schwermetallsalze, wie Halogenide, Sulfate, Carbonate, Phosphate und Mischungen davon, ein. Solche Elektrolyte schließen beispielsweise Natriumchlorid, Natriumsulfat, Kaliumchlorid, Kaliumsulfat, Lithiumchlorid, Magnesiumchlorid, Calciumchlorid, Magnesiumsulfat, Aluminiumchlorid und Mischungen hiervon ein. Ein- oder zweiwertige Salze mit einwertigen Anionen, wie Halogeniden, sind bevorzugt.

**[0084]** Die Emulsion kann weitere Additive enthalten, um z. B. die Eigenschaften des Schaums, die Verarbeitungseigenschaften der Emulsion oder deren Stabilität zu verbessern. Solche Additive können sowohl der dispersen wie auch der kontinuierlichen Phase zugesetzt werden. Diese weiteren Additive schließen, ohne Beschränkung, Klebharze, Weichmacher, rheologische Additive, wie z. B. Verdicker, weitere Tenside, Entschäumer und Entlüfter, Netzmittel, Alterungs- und Lichtschutzmittel, Biozide, Füllstoffe, Pigmente und/oder Vernetzer ein. Insbesondere zur Herstellung von Haftklebmassen übliche Additive sind bevorzugt.

#### Verfahren zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform

**[0085]** Erfindungsgemäß wird weiter ein Verfahren zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform bereitgestellt, wobei das Verfahren die folgenden Schritte umfasst: (1) Bereitstellung einer erfindungsgemäßen Emulsion, wie oben offenbart, durch Lösen zumindest eines Polymers, welches ungelöst bei 23°C und 1013 mbar fest vorliegt, in einem ersten Lösemittel, um eine Polymerlösung herzustellen, und Mischen und/oder Feinverteilen der Polymerlösung in einem zweiten Lösemittel, das nicht mit dem ersten Lösemittel mischbar ist und die disperse Phase der Emulsion ausbildet, zusammen mit einem Emulgator; (2) Formgebung der Emulsion als Schicht; (3) Verfestigung der kontinuierlichen Polymerphase durch Entfernen des ersten Lösemittels; (4) Gleichzeitige und/oder nachfolgende Entfernung des zweiten Lösemittels; und (5) gegebenenfalls Aufrollen des in Schritt (4) erhaltenen, mikrozellulären Emulsionsschaums zu einer Rolle.

**[0086]** Die Herstellung der Emulsion in Schritt (1) kann nach allen dem Fachmann bekannten Verfahren erfolgen, also etwa in einem Batch-Verfahren oder in einem kontinuierlichen Prozess, wie beispielsweise in EP 2 612 886 A1 oder US 3,565,817 beschrieben. Zur Herstellung im Batch-Verfahren wird die Emulsion z. B. in einem Gefäß oder einem Behälter durch schrittweise Zugabe einer wässrigen Phase zu einer Polymerlösung bei einer Scherrate von etwa 5 bis 100 1/s gebildet, bis das gewünschte Wasser-zu-Öl-Verhältnis erreicht ist.

**[0087]** Die Formgebung der Emulsion in Schritt (2) kann mit allen dem Fachmann bekannten Verfahren erfolgen, z. B. durch Beschichten, wie Rakeln, Sprühen, Tauchen, Walzen, (Vorhang-)Gießen, Drucken oder Extrusionsbeschichten, oder Urformen. Mögliche Urform-Verfahren schließen, ohne Beschränkung, Extrudieren, Ziehen, Gießen oder Druckgießen ein. Bevorzugt sind Extrudieren und Gießen.

**[0088]** In einer bevorzugten Ausführungsform erfolgt eine Beschichtung der erfindungsgemäßen Emulsion auf einem temporären Hilfsträger (auch Liner genannt).

**[0089]** Eine Beschichtung der erfindungsgemäßen Emulsion ergibt bevorzugt einen Schaum mit einer Dicke von 100 bis 200 µm.

#### Liner

**[0090]** Folien, insbesondere ein- oder beidseitig mit Klebstoffen beschichtete Folien, werden am Ende des Herstellungsprozesses zumeist zu einer Rolle in Form einer archimedischen Spirale aufgewickelt. Um bei ein- bzw. doppelseitig klebenden Folien zu verhindern, dass die Klebmassen miteinander in Kontakt kommen oder verschmutzt werden, werden die Folien vor dem Aufrollen mit einem Abdeckmaterial (auch als Trennmaterial, Liner oder Releaseliner bezeichnet) eingedeckt, das dann zusammen mit dem Klebeband aufgerollt wird. Neben der Abdeckung von ein- oder doppelseitig klebenden Folien werden Liner auch zur Eindeckung von reinen Klebmassen (Transferklebeband) und Klebebandabschnitten (z. B. Etiketten) eingesetzt.

**[0091]** Ein Liner nach dem Stand der Technik besteht aus zumindest einer Schicht, die die Adhäsionsneigung der beschichteten Emulsion gegenüber den Liner-Oberflächen gering hält (trennwirksame Funktion). Eine solche Trennschicht kann auf einem Trägermaterial aufgebracht sein. Üblich ist aber auch, dass die Trennschicht ohne Trägermaterial verwendet wird, etwa bei Polyethylen-Linern.

**[0092]** Insbesondere als Trennschicht eingesetzt werden können alle dem Fachmann bekannten Systeme, insbesondere solche, welche im "Handbook of Pressure sensitive adhesive technology" von Donatas Satas (Satas & Associates, Warwick 1999) genannt sind. Das Material der adhäsiven Trennschicht ist bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Silikonen, fluorierten Silikonen, Silikon-Copolymeren, Wachsen, Carbamaten, Fluorpolymeren und Polyolefinen oder Mischungen aus zwei oder mehreren der zuvor genannten Stoffen.

**[0093]** Als Trägermaterial des Liners können insbesondere Papiere oder Folien eingesetzt werden. Als Folien werden dabei bevorzugt solche aus biaxial verstrecktem Polyethylenterephthalat, Polybuten, Polypropylen, Polyethylen, monoaxial verstrecktem Polypropylen, biaxial verstrecktem Polypropylen oder Polyethylen verwendet, besonders bevorzugt Polyolefin-Folien (Polypropylen- und Polyethylen-Folien) oder Polyester-Folien. Auch polymerbeschichtete Papiere oder Vliese können eingesetzt werden. Für nicht oder wenig klebende Schaumfolien können auch die reinen Trägermaterialien als Trennschicht eingesetzt werden.

**[0094]** In einer bevorzugten Ausführungsform ist der Liner eine für das erste und/oder zweite Lösemittel permeable Membran. Dies hat den Vorteil, dass die Entfernung des ersten bzw. zweiten Lösemittels auch durch den Liner hinweg erfolgen kann, so dass ein homogenerer Schaum entstehen kann. Als permeable Membran kann ein Liner dann betrachtet werden, wenn seine Wasserdampfpermeationsrate größer ist als 2000 g/m<sup>2</sup>d, ermittelt bei 38°C und 90% relativer Luftfeuchtigkeit nach JIS Z 0208, bezogen auf die jeweilige Dicke des Liners. Besonders geeignet ist ein Liner mit einer Wasserdampfpermeationsrate von mehr als 5000 g/m<sup>2</sup>d.

**[0095]** Die Verfestigung der kontinuierlichen Polymerphase in Schritt (3) erfolgt durch Entfernen des ersten Lösemittels. Dies kann durch Verdampfen und/oder durch Permeation (z. B. in den Liner) erfolgen. Bevorzugt erfolgt das Entfernen des ersten Lösemittels (Trocknen) bei einer Temperatur im gleichen Bereich oder unterhalb der Siedetemperatur des zweiten Lösemittels, besonders bevorzugt bei einer Temperatur, die zumindest 50°C unterhalb der Siedetemperatur des zweiten Lösemittels liegt. Ganz besonders bevorzugt erfolgt die Trocknung bei einer Temperatur unterhalb von 40°C.

**[0096]** Dabei ist es vorteilhaft, wenn die Trocknungstemperatur unterhalb der Siedetemperatur des ersten und zweiten Lösemittels liegt, da anderenfalls die Gefahr der Blasenbildung im geschäumten Produkt ansteigen kann.

**[0097]** Gleichzeitig mit und/oder nach der Entfernung des ersten Lösemittels erfolgt die Entfernung des zweiten Lösemittels. Da jede Flüssigkeit auch bereits unterhalb der Siedetemperatur einen Dampfdruck besitzt, ist es nicht möglich, das erste Lösemittel zu entfernen, ohne bereits zumindest einen kleinen Teil des zweiten Lösemittels zu entfernen. Bevorzugt ist dieser Anteil aber gering. So ist es bevorzugt, dass zu einem Zeitpunkt, an dem 75 Gew.-% des ursprünglichen Lösemittelanteils entfernt sind, maximal 25% des zweiten Lösemittels entzogen sind. Insbesondere ist es bevorzugt, dass zu einem Zeitpunkt, an dem 90 Gew.-% des ursprünglichen Lösemittelanteils entfernt sind, maximal 25% des zweiten Lösemittels entzogen sind. Dabei ist bevorzugt, wenn die Trocknungstemperatur unterhalb der Schmelztemperatur/Erweichungstemperatur des Polymers liegt, da anderenfalls die Gefahr des Zusammenfließens der Schaumstruktur stark ansteigt.

**[0098]** Aufgrund des Dampfdrucks der Lösemittel unterhalb von deren Siedetemperatur ist es auch möglich, erste und/oder zweite Lösemittel einzusetzen, deren Siedetemperatur oberhalb der Schmelztemperatur des Polymers liegt, sofern die Trocknungstemperatur bei der Entfernung der Lösemittel jeweils unterhalb der Schmelztemperatur des Polymers liegt.

**[0099]** Um diesem Zusammenfließen entgegenzuwirken, kann das Polymer nach der Formgebung der Emulsion vernetzt werden. Die Vernetzung kann durch kovalente, koordinative oder physikalische Bindungen erfolgen. Sie kann durch alle dem Fachmann bekannten Verfahren hergestellt werden. Die Vernetzung kann vor, während oder nach dem Entfernen des Lösemittels erfolgen. Sie kann z. B. thermisch oder durch aktinische Strahlung initiiert werden.

**[0100]** Bevorzugt wird das Polymer physikalisch (zum Beispiel durch Domänenbildung bei Blockcopolymeren) oder koordinativ vernetzt, da hierbei in der Regel die Vernetzung ohne weitere Initiierung durch Entzug des ersten Lösemittels bzw. Inhibitors entsteht. Beispiele für koordinative Bindungen sind Ligand-Zentralatom-Bindungen in Komplexen, also die Bildung einer koordinativen Bindung mit Metallatomen, die elementar, in Form von Metallsalzen und/oder in Form von Metallkomplexen vorliegen können, sowie alle weiteren Donor-Akzeptor-Bindungen (siehe hierzu beispielsweise D. Philp, J. F. Stoddard, *Angew. Chem.*, 1996, 108, 1242; M. Rehahn, *Acta Polym.*, 1998, 49, 201; B. G. G. Lohmeijer, U. S. Schubert, *J. Polym. Sci. A Polym. Chem.*, 2003, 41, 1413 und jeweils darin zitierte Literatur). Beispielhaft ist die Koordination von Säuregruppen an Metallchelate zu nennen.

#### Mikrozellulärer Emulsionsschaum in Filmform

**[0101]** Der mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens hergestellte mikrozelluläre Emulsionsschaum in Filmform kann geschlossenzellig oder offenzellig sein.

**[0102]** Ohne an diese Theorie gebunden zu sein, scheint es, dass dies durch das Gewichtsverhältnis des zweiten Lösemittels zum Polymer sowie durch das Gewichtsverhältnis des Polymers zum ersten Lösemittel beeinflusst werden kann. Ein niedriges Gewichtsverhältnis des Polymers zum ersten Lösemittel und ein niedriges Gewichtsverhältnis des zweiten Lösemittels zum Polymer begünstigen geschlossenzellige Schäume, ein hohes Gewichtsverhältnis des Polymers zum ersten Lösemittel und ein hohes Gewichtsverhältnis des zweiten Lösemittels zum Polymer begünstigen offenzellige Schäume.

**[0103]** Der erfindungsgemäße, mikrozelluläre Emulsionsschaum in Filmform hat bevorzugt eine Dichte von  $0.10 \text{ g/cm}^3$  bis  $0.9 \text{ g/cm}^3$ , besonders bevorzugt  $0.15 \text{ g/cm}^3$  bis  $0.5 \text{ g/cm}^3$ .

**[0104]** Bevorzugt liegt die Schaumporengröße des erfindungsgemäßen, mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform im Bereich von 500 nm bis 100  $\mu\text{m}$ , besonders bevorzugt 1  $\mu\text{m}$  bis 20  $\mu\text{m}$ .

#### Verwendung des mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform

**[0105]** Der erfindungsgemäße Schaum in Filmform kann als Träger, Trennfilm, Haftklebstoff, Verpackungsfolie, Membran im Trennverfahren (offenzelliger Schaum), lichtstreuende Schicht, wasser- und/oder gasdichter Schaum, Gas- oder Flüssigkeitsabsorber (offenzelliger Schaum), thermisches und/oder elektrisches Isolationsmaterial, und/oder Strukturschaum verwendet werden. Der Film kann auch zerkleinert werden und z. B. als Füllstoff oder Schockabsorber, bevorzugt eingebettet in einem Matrixmaterial, verwendet werden.

#### Kit und Verbundkörper

**[0106]** Erfindungsgemäß wird ein Kit, umfassend eine Emulsion, wie oben definiert, oder einen mikrozellulären Emulsionsschaum in Filmform, wie oben definiert, bereitgestellt.

**[0107]** Außerdem wird erfindungsgemäß ein Verbundkörper, umfassend einen mikrozellulären Emulsionsschaum in Filmform, wie oben definiert, bereitgestellt. Ein "Verbundkörper" ist hierbei jeder dreidimensionale Gegenstand, der aus mindestens einem Substrat besteht, das mit einem mikrozellulären Emulsionsschaum in Filmform, wie oben definiert, verbunden ist.

## Experimenteller Teil

**[0108]** Das nachfolgende Beispiel dient zur Verdeutlichung der vorliegenden Erfindung, soll aber keinesfalls als Einschränkung des Schutzbereichs verstanden werden.

## Verwendete Messmethoden:

## Molekulargewicht:

**[0109]** Die Molekulargewichtsbestimmungen der zahlenmittleren Molekulargewichte  $M_n$  und der gewichtsmittleren Molekulargewichte  $M_w$  erfolgten mittels Gelpermeationschromatographie (GPC). Als Eluent wurde THF (Tetrahydrofuran) mit 0,1 Vol.-% Trifluoressigsäure eingesetzt. Die Messung erfolgte bei 25°C. Als Vorsäule wurde PSS-SDV, 5  $\mu$ ,  $10^3$  Å, ID 8,0 mm  $\times$  50 mm verwendet. Zur Auftrennung wurden die Säulen PSS-SDV, 5  $\mu$ ,  $10^3$  sowie 105 und 106 mit jeweils ID 8,0 mm  $\times$  300 mm eingesetzt. Die Probenkonzentration betrug 4 g/l, die Durchflussmenge 1,0 ml pro Minute. Es wurde gegen Polystyrol-Standards gemessen.

## Dichte:

**[0110]** Die Dichte des Schaums wurde gravimetrisch ermittelt. Dafür wurde ein Kreis von 8 cm im Durchmesser aus dem getrockneten Ausstrich ausgeschnitten. Anschließend wurde der Ausschnitt mit einer Präzisionswaage gewogen und die Dicke mittels eines Dickenmessgeräts bestimmt. Dabei wurde ein im Durchmesser großer Tastkopf ausgewählt ( $\varnothing$  5,65 cm), damit dieser eine große Fläche abdeckt und nicht zu tief in die Probe einsinkt. Die Messkraft betrug bei den Messungen 0,5 N. Über das Gewicht der Probe, deren Durchmesser und Dicke kann anschließend die Dichte der Probe berechnet werden.

## Bruchdehnung und Elastizitätsmodul:

**[0111]** Bruchdehnung und Zug-Elastizitätsmodul (auch E-Modul genannt) wurden nach DIN EN ISO 527-3 bei 23°C und 50% relativer Feuchte mit einem Probekörper Typ 5 mit einer Dehngeschwindigkeit von 300 mm/min bestimmt. Bei starren Polymeren wird als Elastizitätsmodul das Sekantenmodul bei 1% Dehnung angegeben, bei Elastomeren dasjenige bei 100% Dehnung, sofern nicht anders angegeben.

## Stabilität der Emulsion:

**[0112]** Die Stabilität wurde optisch ermittelt. Es wurde beobachtet, ob und gegebenenfalls nach welcher Zeit ab der Herstellung der Emulsion eine Phasentrennung sichtbar wurde.

## Säurezahl:

**[0113]** Die Säurezahl wurde analog DIN EN 12634 ermittelt. Eine Emulgatorprobe wurde mit einem Lösemittelemisch, das geringe Mengen an Wasser enthielt, intensiv verrührt. Dabei "wuschen" sich die im Öl vorhandenen Säuren in den Wasseranteil des Lösemittels. Diese konnten dann in der Titration detektiert werden. Dabei wurde der Probe "tröpfchenweise" Kalilauge (KOH) als starke Base so lange zugesetzt, bis das Gemisch "neutral" ist. Wenn alle Säuren durch die Kalilauge neutralisiert waren, führte der nächste zugegebene Tropfen Base zu einem sprunghaften Anstieg des pH-Wertes. Aus dem Verbrauch an KOH bis zum Erreichen dieses "Umschlagspunktes" konnte dann der Säuregehalt in der Probe errechnet und in [mg KOH]/[g Emulgator] angegeben werden.

## Basenzahl:

**[0114]** Die Basenzahl wurde analog DIN ISO 3771 ermittelt. Zur Emulgatorprobe, die mit einem Lösemittelemisch versetzt war, wurde Perchlorsäure zugegeben. Die Säure wurde von dem basischen Additiv so lange neutralisiert, bis es vollständig aufgebraucht war. Eine Zugabe von Säure über den Wendepunkt führte zu einem sprunghaften Abfall des pH-Wertes. Aus dem Verbrauch an Säure bis zum Erreichen dieses "Umschlagspunktes" konnte dann der Säuregehalt in der Probe errechnet und in [mg Säure]/[g Emulgator] angegeben werden.

## Rasterelektronenmikroskopie:

**[0115]** Mittels Rasterelektronenmikroskopie wurden Querschnittsaufnahmen der hergestellten Schäume angefertigt. Dazu wurden die Schäume unter flüssigem Stickstoff gebrochen.

## Schmelztemperatur/Erweichungstemperatur:

**[0116]** Die Erweichungstemperatur wurde kalorimetrisch über die Differential Scanning Calorimetry (DSC) nach DIN 53765:1994-03 bestimmt. Aufheizkurven liefen mit einer Heizrate von 10 K/min. Die Muster wurden in Al-Tiegeln mit gelochtem Deckel und Stickstoffatmosphäre vermessen. Es wurde die zweite Aufheizkurve ausgewertet. Bei amorphen Stoffen traten Glasübergangstemperaturen auf, bei (semi)kristallinen Stoffen Schmelztemperaturen. Ein Glasübergang war als Stufe im Thermogramm erkennbar. Die Glasübergangstemperatur wurde als Mittelpunkt dieser Stufe ausgewertet. Eine Schmelztemperatur war als Peak im Thermogramm erkennbar. Als Schmelztemperatur wurde diejenige Temperatur notiert, bei der die höchste Wärmetönung auftrat.

## Harzerweichungstemperatur:

**[0117]** Die Klebharzerweichungstemperatur wurde nach der einschlägigen Methodik durchgeführt, die als Ring and Ball bekannt ist und nach ASTM E28 standardisiert ist:

Zur Bestimmung der Klebharzerweichungstemperatur der Harze kommt ein Ring-Kugel-Automat HRB 754 der Firma Herzog zum Einsatz. Harzmuster werden zunächst fein gemörsert. Das resultierende Pulver wird in einen Messingzylinder mit Bodenöffnung (Innendurchmesser am oberen Teil des Zylinders 20 mm, Durchmesser der Bodenöffnung des Zylinders 16 mm, Höhe des Zylinders 6 mm) gefüllt und auf einem Heiztisch geschmolzen. Die Befüllmenge wird so gewählt, dass das Harz nach dem Schmelzen den Zylinder ohne Überstand voll ausfüllt.

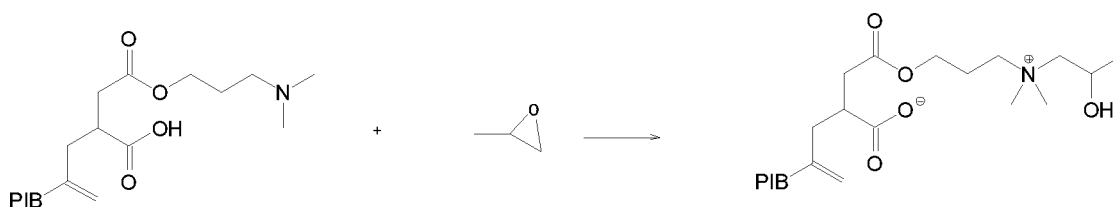
**[0118]** Der resultierende Probekörper wird samt Zylinder in die Probehalterung des HRB 754 eingelegt. Zur Befüllung des Temperierbads wird Glycerin verwendet, sofern die Klebharzerweichungstemperatur zwischen 50°C und 150°C liegt. Bei niedrigeren Klebharzerweichungstemperaturen kann auch mit einem Wasserbad gearbeitet werden. Die Prüfkugeln haben einen Durchmesser von 9,5 mm und wiegen 3,5 g. Entsprechend der HRB 754 Prozedur wird die Kugel oberhalb des Probekörpers im Temperierbad angeordnet und auf dem Probekörper abgelegt. 25 mm unter dem Zylinderboden befindet sich eine Auffangplatte, 2 mm über dieser eine Lichtschranke. Während des Messvorgangs wird die Temperatur mit 5°C/min erhöht. Im Temperaturbereich der Klebharzerweichungstemperatur beginnt sich die Kugel durch die Bodenöffnung des Zylinders zu bewegen, bis sie schließlich auf der Auffangplatte zum Stehen kommt. In dieser Position wird sie von der Lichtschranke detektiert und zu diesem Zeitpunkt die Temperatur des Temperierbads registriert. Es fand eine Doppelbestimmung statt. Die Klebharzerweichungstemperatur war der Mittelwert aus den beiden Einzelmessungen.

## Haftklebrigkeit/Klebkraft:

**[0119]** Die Klebkräfte wurden an den ungeschäumten Klebmassezusammensetzungen analog ISO 29862 (Methode 3) bei 23°C und 50% relativer Luftfeuchte bei einer Abzugsgeschwindigkeit von 300 mm/min und einem Abzugswinkel von 180° bestimmt. Die Dicke der Klebstoffschicht betrug dabei jeweils 50 µm. Als Verstärkungsfolie wurde eine geätzte PET-Folie mit einer Dicke von 50 µm verwendet, wie sie von der Fa. Coveme (Italien) erhältlich ist. Als Substrat wurden Stahlplatten entsprechend der Norm verwendet. Die Verklebung des Messtreifens wurde dabei mittels einer Anrollmaschine bei einer Temperatur von 23°C vorgenommen. Die Klebebänder wurden sofort nach der Applikation abgezogen. Der Messwert (in N/cm) ergab sich als Mittelwert aus drei Einzelmessungen. Ein erfindungsgemäßer Schaum wurde dann als haftklebrig bezeichnet, wenn die Klebkraft der ungeschäumten Zusammensetzung 0,05 N/cm, insbesondere 1 N/cm übersteigt.

## Verwendete Emulgatoren:

**[0120]** Es wurde ein Emulgator auf der Basis von bernsteinsäureanhydridmodifiziertem Polyisobutylen (PIBSA) verwendet, welcher nach Umsetzung mit Aminoalkohol als Ester-Amid-Salz vorlag. Der Emulgator E1 wurde hergestellt, wie in WO 2012/177529 A1 beschrieben, wobei das PIB ein gewichtsmittleres Molekulargewicht  $M_w$  von etwa 1000 g/mol aufwies:



**[0121]** Das mit Maleinsäureanhydrid endgruppenmodifizierte Polyisobutylene, erhältlich z. B. unter dem Handelsnamen Dovermulse H-1000 von der Fa. Dover Chemical Corp (USA), wurde zunächst mit Diethylamino-propanol in einer ringöffnenden Umesterungsreaktion in dem Fachmann bekannter Weise umgesetzt. Dieses Umesterungsprodukt (447,8 g) wurde in einem 1 l Kolben mit einem Wärmefühler, Stickstoff-Zufluss und Kondensator, zusammen mit dem Lösemittel Methanol (173 g) und dem Viskositätsmodifikator Dillöl (100 g) vorgelegt. Das Gemisch wurde im Anschluss auf 55°C unter N<sub>2</sub> und unter Rühren (330 UpM) erhitzt. Propylenoxid (46 ml, 38 g) wurde in einer 50 ml Spritze vorgelegt, in eine Spritzenpumpe geladen und über eine Nadel über 4 h unter die Oberfläche der Reaktion hinzugeben. Die Reaktion wurde über Nacht gerührt. Das Zwischenprodukt (647,0 g) wurde in einem 2l Kolben mit einem weiteren Aliquot des Öls (58,6 g) versetzt. Die Reaktion wurde im Anschluss für 1 h bei 50°C gehalten. Ein Destillationsgerät wurde angeschlossen und Vakuum wurde angelegt. Die Temperatur wurde auf 70°C über 2 h erhöht. Ein finales Aliquot des Öls (159,3 g) wurde zu dem Kolben hinzugefügt. Das Endprodukt wurde so nach vollständiger Destillation als Esteramidsalz gewonnen.

**[0122]** E1 wies eine Säurezahl von etwa 30 mg KOH/g und eine Basenzahl von etwa 41 mg HCl/g auf. Zum Vergleich wurde ein Emulgator mit einem HLB-Wert von 6 aus den Emulgatoren Brij 93, ein Polyethyleneglycololeylether mit einem zahlenmittleren Molekulargewicht von etwa 357 g/mol und einem HLB-Wert von 4 und Brij-L4, ein Polyethyleneglycoldodecylether mit einem HLB-Wert von 9,7 (beide bei Sigma-Aldrich erhältlich) hergestellt.

**[0123]** Außerdem wurde eine Dispersion mit Hilfe des grenzflächenaktiven Stoffes Natriumdioctylsulfosuccinat (Docusat-Natrium, erhältlich bei Sigma-Aldrich) hergestellt, der einen HLB-Wert von 10 aufwies.

#### Beispiel 1:

**[0124]** Die Herstellung des mikrozellulären Emulsionsschaums erfolgte folgendermaßen: Als erstes wurde das Polymer Kraton D1101 E (erhältlich bei Kraton; Chemischer Aufbau: lineares Styrol-Butadien-Styrol(SBS)-Polymer; Blockpolystyrolgehalt: 31%; 3-Block-Anteil: 84%; E-Modul: 2,9 MPa (300%); Bruchdehnung: 880%) in Toluol als erstes Lösemittel im Gewichtsverhältnis 1:2 (Feststoff-Lösemittel-Verhältnis) bei Raumtemperatur gelöst. Nach vollständiger Lösung des Polymers wurden 3 Gew.-% des Emulgators E1, bezogen auf die Menge der Polymerlösung, zugeben. Anschließend wurde das Gemisch mit Hilfe eines Flügelrührers vermischt. Dabei war darauf zu achten, dass keine Luft mit eingerührt wurde. Nachdem der Vermischungsvorgang beendet war, wurde tröpfchenweise unter Rühren demineralisiertes Wasser als zweites Lösemittel hinzugegeben und die Mischung vermischt. Das Wasser-Öl-Verhältnis der Emulsion betrug 1:1, bezogen auf die Polymermenge in der Lösung. Durch die langsame Zugabe und Vermischung des Wassers mit dem gelösten Polymer wurde sichergestellt, dass der Emulgator genügend Zeit hatte, zur Phasengrenze zu diffundieren und sich an der Phasengrenze anzulagern. Es entstand eine milchig-trübe Dispersion mit noch etwas größeren Tropfen.

**[0125]** Um die Tröpfchengröße weiter zu verringern, wurde der Flügelrührer durch eine Dispergierscheibe ausgetauscht, mit deren Hilfe die Tröpfchen durch Einbringen von hohen Scherkräften zerkleinert wurden.

**[0126]** Nachdem das gesamte Wasser hinzugegeben und mit der Dispergierscheibe dispergiert worden war, wurde die Dispersion mit einem Streichbalken auf einem silikonisierten Papierliner ausgestrichen und bei Raumtemperatur etwa ein bis zwei Tage getrocknet. Der Ausstrich wurde so dimensioniert, dass sich eine Schaumdicke von 100 bis 200 µm ergab.

**[0127]** Nach dem Ausstreichen und Trocknen entstand ein geschlossenzelliger Schaum mit einer Porengröße von etwa 3 bis 5 µm (siehe **Fig. 1**: Rasterelektronenmikroskop(REM)-Aufnahme eines geschlossenzelligen Emulsionsschaums).

#### Beispiel 2:

**[0128]** Analog zu Beispiel 1 wurde ein Emulsionsschaum hergestellt, wobei allerdings das Polymer Kraton G1650 (erhältlich bei Kraton; Chemischer Aufbau: lineares Styrol-Ethylen/Butylen-Styrol(SEBS)-Polymer;



Blockpolystyrolgehalt: 30%; 3-Block-Anteil: 100%; E-Modul: 5,6 MPa (300%); Bruchdehnung: 500%) in Toluol gelöst wurde, das Feststoff-Lösemittel-Verhältnis 1:2 betrug und das Wasser-Öl-Verhältnis 1:1. Es wurden ebenso 3 Gew.-% des Emulgators E1 verwendet.

**[0129]** Der trockene Ausstrich zeigte einen offenzelligen Schaum mit einer Porengröße von etwa 2 bis 15 µm (siehe **Fig. 2**: REM-Aufnahme eines offenzelligen Emulsionsschaums).

#### Beispiel 3:

**[0130]** Analog zu Beispiel 1 wurde ein Emulsionsschaum hergestellt, wobei allerdings das Polymer Vector 6241 (erhältlich bei Dexco-Polymers; Chemischer Aufbau: lineares Styrol-Butadien-Styrol(SBS)-Polymer; Blockpolystyrolgehalt: 43%; 3-Block-Anteil: 100%; E-Modul: 8,3 MPa (300%); Bruchdehnung: 700%) in Toluol gelöst wurde, das Feststoff-Lösemittel-Verhältnis 1:2 betrug und das Wasser-Öl-Verhältnis 1:1. Es wurden ebenso 3 Gew.-% des Emulgators E1 verwendet. Der Ausstrich wurde auf einem silikonisierten Papierliner hergestellt und bei Raumtemperatur getrocknet.

**[0131]** Der trockene Ausstrich ergab einen offenzelligen Schaum mit einer Porengröße von etwa 10→20 µm. Die Dichte des Schaums betrug 0,55 g/cm<sup>3</sup>.

#### Beispiel 4 (Einfluss eines Trennliners auf die Struktur des Schaums):

**[0132]** Analog zu Beispiel 3 wurde ein Emulsionsschaum hergestellt, wobei die Emulsion auf einer Celluloseacetat-Membran mit einer Porengröße von 0,45 µm ausgestrichen wurde (erhältlich bei Fa. Sartorius). Die REM-Aufnahmen dieses Ausstriches sind in **Fig. 3** (REM-Aufnahmen eines anisotropen Emulsionsschaums mit geschlossenzelliger und offenzelliger Struktur. Oben: Übersicht; Unten links: Poren im oberen Bereich; Unten rechts: Poren im unteren Bereich) zu sehen. Dabei ist überraschend eine klare Grenze zwischen den unteren und oberen Poren zu erkennen. Unten befand sich während der Trocknung bei 23°C die Membran, oben lediglich Luft. Das führte dazu, dass die oberen Poren sehr groß wurden, die unteren hingegen sehr klein. Die oberen Poren sind außerdem geschlossenzellig, während die unteren Poren offenzellig sind.

**[0133]** Es wird vermutet, dass aufgrund von Kapillarkräften das Wasser aus der Probe gezogen wurde und die Wassertropfen so keine Zeit hatten, zu koaleszieren. An Luft ist hingegen die Trocknung langsamer verlaufen, so dass die Tröpfchen sich zusammengeschlossen haben. Durch eine effektivere und schnellere Trocknung können somit offenzellige Strukturen erhalten werden, auch bei einem Wasser-Öl-Verhältnis von 1:1 und bei einem Polymer mit einer Bruchdehnung von mehr als 600%. Der Querschnitt zeigt eine im Wesentlichen schichtförmig ausgebildete, anisotrope Struktur, wobei die Anisotropie dabei in der Porengröße und in der Schaumstruktur zu sehen ist.

#### Beispiel 5 (Einfluss der Verdünnung auf die Porengröße):

**[0134]** Analog zu Beispiel 3 wurde ein Schaum hergestellt, wobei Vector 6241 bei einem Feststoff-Lösemittel-Verhältnis von 1:1,5 und bei einem Wasser-Öl-Verhältnis von 1:1 eingesetzt wurde.

**[0135]** Der erhaltene Schaum wies vermehrt sehr kleine Poren auf (um 3 µm), die geschlossenzellig waren. Es scheint, dass durch mehr Einsatz von Lösungsmittel und somit einer höheren Verdünnung des Polymers, die Wassertropfen durch die geringere Viskosität eine höhere Koaleszenz aufweisen und sich demgemäß größere Poren bilden.

**[0136]** Durch eine geringere Verdünnung des Polymers und damit einer höheren Viskosität der Polymerlösung kann somit die Porengröße beeinflusst werden. Dieser Einfluss wurde untersucht, indem der Ausstrich mit einem Feststoff-Lösemittel-Verhältnis von 1:1,75 hergestellt und analysiert wurde. Die Porengrößen lagen im Schnitt zwischen denen mit einem Feststoff-Lösemittel-Verhältnis von 1:1,5 und denen mit einem Verhältnis von 1:2. Die erhaltenen Schäume wiesen demgemäß Poren auf, die mit höherer Verdünnung des Polymers immer größer wurden.

#### Beispiel 6 (Einfluss des Wasser-Öl-Verhältnisses auf die Schaumstoffstruktur):

**[0137]** In **Fig. 4** (REM-Aufnahmen eines offenzelligen Emulsionsschaums) ist die REM-Aufnahme eines Schaums mit Vector 6241 und einem Feststoff-Lösemittel-Verhältnis von 1:2 und einem Wasser-Öl-Verhältnis von 2:1 zu sehen, der analog zu Beispiel 3 hergestellt wurde. Dabei ist in der Gesamtübersicht eine gleichmä-

ßige Verteilung der Poren zu erkennen. Es handelt sich um eine offenzellige Struktur mit einer Porengröße im Bereich von 10 µm. Die Poren sind über Kanäle miteinander so verbunden, dass die Polymermatrix nur ein Gerüst darstellt. Die Dichte des Schaums betrug 0,36 g/cm<sup>3</sup>.

**[0138]** Der Einfluss der Verdünnung des Polymers wurde bei diesem W/O-Verhältnis ebenfalls getestet. Die REM-Aufnahmen dieser Dispersion mit einem Feststoff/Lösemittel-Verhältnis von 1:1,75 zeigt in der Gesamtübersicht ebenfalls eine gleichmäßige Struktur, die aber viel feiner wirkt (Porengrößen 1–10 µm). Durch eine geringe Verdünnung und ein hohes Wasser-Öl-Verhältnis lassen sich somit sehr kleine Poren (offenzellig) herstellen, die über Kanäle miteinander verbunden sind. Die Dichte des Schaums betrug 0,38 g/cm<sup>3</sup>.

#### Beispiel 7:

**[0139]** Aus den Emulgatoren Brij 93 (HLB 4) und Brij 14 (HLB 9,7) wurde ein Emulgator mit dem HLB-Wert von 6 hergestellt. Dabei betrug der Anteil von Brij 93 65 Gew.-% und Brij L4 35 Gew.-%. Anschließend wurde mit diesem Emulgator (Anteil 3 Gew.-%) eine Dispersion von Vector 6241 und Toluol als Lösungsmittel mit einem Polymer/Lösemittel-Verhältnis von 1:2 und einem Wasser/Öl-Verhältnis von 1:1 (analog zu Beispiel 3) hergestellt und ausgestrichen.

**[0140]** Der trockene Ausstrich zeigte eine deutlich gröbere Porenstruktur (Porengrößen um 50 µm) als die entsprechenden Schäume mit dem Emulgator E1.

#### Beispiel 8:

**[0141]** Weiterhin wurde Natriumdioctylsulfosuccinat (erhältlich bei Sigma-Aldrich) mit einem HLB-Wert von 10 auf seine Emulgierfähigkeit getestet. Analog zu Beispiel 3 wurden 3 Gew.-% abgewogen und zum gelösten Vector 6241 hinzugegeben und eine Dispersion mit einem Polymer/Lösemittel-Verhältnis von 1:2 und einem Wasser/Öl-Verhältnis von 1:1 hergestellt. Bei der Herstellung fiel auf, dass die Dispersion eine ähnlich weiße Farbe aufzeigte, wie die Dispersionen die mit dem Emulgator E1 hergestellt wurden. Des Weiteren war die Dispersion noch mehrere Tage nach der Herstellung stabil.

**[0142]** Auch hier konnte mit einem Emulgator mit dem HLB-Wert von 10, welcher nach dem Stand der Technik eigentlich für O/W-Emulsionen verwendet wird, ein Schaum nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt werden. Bevorzugt liegt aber der HLB-Wert zwischen 3 und 6, da sich hierbei eine homogenere Schaumstruktur ergibt.

**[0143]** Wie in **Fig. 5** (REM-Aufnahme eines geschlossenzelligen Emulsionsschaums) gezeigt, wies der geschlossenzellige Schaum Porengrößen zwischen 2 und 25 µm sowie eine deutliches Profil in der Porengrößenverteilung über die Dicke auf, welches auf die unterschiedlichen Trocknungsbedingungen der beiden Seiten zurückgeführt wird.

#### Beispiel 9:

**[0144]** Analog zu Beispiel 1 wurde ein Emulsionsschaum hergestellt, wobei allerdings das Polymer Dowlex 2552 (erhältlich bei Dow; Chemischer Aufbau: lineares low density Polyethylen (LLDPE) mit einer Dichte von 0,920 g/cm<sup>3</sup> und einer Mass Melt Flow Rate (190°C, 2,16 kg) von 25 g/10 min; E-Modul: um 200 MPa (2%); Bruchdehnung: 870%) bei 105°C in o-Xylol gelöst wurde und das Feststoff-Lösemittel-Verhältnis 1:16 betrug. Die Lösung wurde auf Raumtemperatur abgekühlt und Emulgator sowie Wasser zugegeben. Das Wasser-Öl-Verhältnis betrug 2:1. Es wurden ebenso 3 Gew.-% des Emulgators E1 verwendet.

**[0145]** Der trockene Ausstrich zeigte einen sehr offenzelligen Schaum mit einer Porengröße im Bereich von 10 µm (siehe **Fig. 6**: REM-Aufnahme eines sehr offenzelligen Emulsionsschaums), der Aufrisse in der Fläche aufwies. Letzteres weist darauf hin, dass neben der Bruchdehnung auch der E-Modul einen Einfluss auf die Ausbildung eines durchgängigen Flächengebildes hat.

#### Beispiel 10 (haftklebriger Emulsionsschaum):

**[0146]** Analog zu Beispiel 3 wurde ein Emulsionsschaum auf der Basis einer Klebmassezusammensetzung hergestellt, wobei Vektor 6241, das Klebharz Piccolyte A115 (erhältlich bei Pinova; chemischer Aufbau: Polyterpenharz basierend auf polymerisiertem α-Pinen mit einem Erweichungspunkt von etwa 115°C, einem Molekulargewicht von 790 g/mol und einer Dichte von 0,97 g/cm<sup>3</sup>) sowie das Flüssigharz Wingtack 10 (erhältlich bei

Cray Valley; Chemischer Aufbau: aliphatisches C5-Kohlenwasserstoffharz mit einem Erweichungspunkt von 10°C, einem Molekulargewicht von 500 g/mol und einer Dichte von 0,9 g/cm<sup>3</sup>) im Massenverhältnis von 50:45:5 in Toluol gelöst wurden und das Feststoff-Lösemittel-Verhältnis 1:1,5 betrug. Das Wasser-Öl-Verhältnis betrug 1:1. Es wurden ebenso 3 Gew.-% des Emulgators E1 verwendet.

**[0147]** Der trockene Ausstrich zeigte einen geschlossenzelligen Schaum mit einer Porengröße im Bereich von etwa 5–20 µm, der haftklebrig war. Die Klebkraft der ungeschäumten Zusammensetzung betrug 7,2 N/cm.

**ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**Zitierte Patentliteratur**

- US 3565247 A [0003]
- US 5851617 A [0003]
- DE 1920929 A [0005]
- US 6573305 A [0006]
- DE 2737745 A [0007]
- DE 2552613 A [0008]
- WO 2012/0177529 A1 [0079]
- EP 2612886 A1 [0086]
- US 3565817 [0086]
- WO 2012/177529 A1 [0120]

**Zitierte Nicht-Patentliteratur**

- „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“ von Donatas Satas (Satas & Associates, Warwick 1999 [0004]
- Charles Hansen: "Hansen solubility parameters: A user's handbook", 2. Auflage, CRC Press, Boca Raton, 2007 [0056]
- "Group-Contribution"-Methode nach Costas Panayiotou et al. [0056]
- Emmanuel Stefanis, Costas Panayiotou: "Prediction of Hansen solubility parameters with a new group-contribution method", Int. J. Thermophys. 2008, Band 29, Seite 568 bis 585 [0056]
- ISO 13320 [0067]
- ISO 13321 [0067]
- Heusch, R.: Emulsions, in: Ullmanns Encyclopedia of Industrial Science, Wiley 2000, DOI: 10.1002/14356007.a09\_297, S. 473 bis 485 [0076]
- "Handbook of Pressure sensitive adhesive technology" von Donatas Satas (Satas & Associates, Warwick 1999 [0092]
- JIS Z 0208 [0094]
- D. Philp, J. F. Stoddard, Angew. Chem., 1996, 108, 1242; M. Rehahn, Acta Polym., 1998, 49, 201 [0100]
- B. G. G. Lohmeijer, U. S. Schubert, J. Polym. Sci. A Polym. Chem., 2003, 41, 1413 [0100]
- DIN EN ISO 527-3 [0111]
- DIN EN 12634 [0113]
- DIN ISO 3771 [0114]
- DIN 53765:1994-03 [0116]
- ASTM E28 [0117]
- ISO 29862 [0119]

## Patentansprüche

1. Emulsion zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform, wobei die Emulsion umfasst:

- a) Eine Polymerlösung, umfassend ein erstes Lösemittel und zumindest ein Polymer, welches ungelöst bei 23°C und 1013 mbar fest vorliegt;
- b) Ein zweites Lösemittel, das nicht mit dem ersten Lösemittel mischbar ist und die disperse Phase der Emulsion ausbildet; und
- c) einen Emulgator,

wobei der Siedepunkt des zweiten Lösemittels bei 1013 mbar (i)  $\geq$  des Siedepunkts des ersten Lösemittels und (ii)  $\leq$  der Schmelztemperatur des Polymers ist.

2. Emulsion zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform, wobei die Emulsion umfasst:

- a1) Eine Polymerlösung, umfassend ein erstes Lösemittel und zumindest ein Polymer, welches ungelöst bei 23°C und 1013 mbar fest vorliegt;
- b1) Ein zweites Lösemittel, das nicht mit dem ersten Lösemittel mischbar ist und die disperse Phase der Emulsion ausbildet;

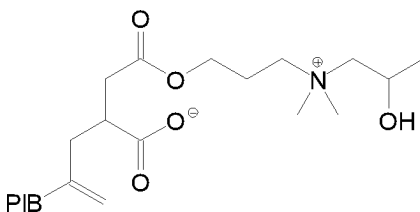
wobei der Siedepunkt des zweiten Lösemittels bei 1013 mbar (i)  $\geq$  des Siedepunkts des ersten Lösemittels und (ii)  $\leq$  der Schmelztemperatur des Polymers ist und

wobei das Polymer ein amphiphiles Polymer ist.

3. Emulsion nach Anspruch 1, wobei

i) das Polymer ausgewählt ist aus Polyethylen (PE); Polypropylen (PP); cyclischen Olefin-Copolymeren (COC); Polyvinylchlorid (PVC); Polyestern, insbesondere Polyethylenterephthalat (PET) und Polyethylnaphthalat (PEN); Ethylenvinylalkohol (EVOH); Polyvinylidenchlorid (PVDC); Polyvinylidenfluorid (PVDF); Perfluor(ethylen-propylen) (FEP); Tetrafluorethylen-hexafluorpropylen-vinyliden-fluorid (THV); Perfluoroalkoxy-Polymer (PFA); Poly(ethylen-tetrafluorethylen) (ETFE); Poly(chlorotrifluorethylen) (PCTFE); Poly(ethylen-chlorotrifluorethylen) (ECTFE); Polyacrylnitril (PAN); Polycarbonat (PC); Polyamid (PA); Polyethersulfon (PES); Polyetherimid (PEI) Polymethylmethacrylat (PMMA); Polylactid (PLA); Polystyrol (PS); Polyetheretherketon (PEEK); Polyacrylat (PAR); Polyurethan (PUR); Polyimid (PI); Elastomeren, wie Acrylate und/oder Methacrylate; Polyurethane; Naturkautschuke; Synthetikautschuke, wie z. B. Butyl-, (Iso)-Butyl-, Nitril- oder Butadienkautschuke; Styrolblockcopolymer; Polyolefine, insbesondere  $\alpha$ -Polyolefine und Polyethylen niedriger Dichte ( $< 0,89 \text{ g/m}^3$ ); Fluorpolymere; Silikone; Copolymere des Polyethylens, insbesondere Ethylen-vinylacetat (EVA), Ethylen-ethylacetat (EEA), Ethylen-acrylsäure-copolymer (EAA), Ethylen-butylacrylat (EBA) und Ethylen-methylacrylat (EMA) oder Ionomere sowie deren Co- und Terpolymeren; und/oder

ii) der Emulgator ausgewählt ist aus Polyglycerolfettsäuren und -estern; Polyoxyethylenfettsäuren und -estern, insbesondere Sorbitanfettsäureester, wie Sorbitanmonolaurat, Sorbitanmonooleat und Kombinationen von Sorbitantrioleat; Succinimiden; Succinamiden; Polyisobutanamiden; Polyisobutylsuccinimiden; (Poly)Glycerolen; Alkylphenolen; Fettsäurealkanolamiden; disproportionierte Abietinsäure; Alkylsulfonaten; perfluoriertem Alkylsulfonat; Phosphorsäureestern von Glycolen oder Glyceriden; Phosphonaten; Phosphinaten; Alkylimidazolium und dessen Salzen; Bernsteinsäureanhydrid- oder bernsteinsäureimid-modifizierten Poly(iso)butylenen (PIBSA, PIBSI), welche mit sauerstoff- oder stickstoffhaltigen Gruppen, wie z. B. Aminoalkohol, umgesetzt wurden, insbesondere



wobei PIB<sub>n</sub> für Polyisobutylene mit mit einem zahlengemittelten Molekulargewicht von 350 bis 5000 g/mol, bevorzugt 550 bis 3000 g/mol und stärker bevorzugt 750 bis 2500 g/mol steht.

4. Emulsion nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei

4.i) das erste Lösemittel ausgewählt ist aus Aceton; Acetonitril; Benzin; 1-Butanol; Chlorbenzol; Chloroform; Cyclohexan; Diethylether; Diethylcarbonat; Diisopropylether; Dimethylcarbonat; 1,4-Dioxan; Essigsäure; Essigsäureanhydrid; Essigsäureethylester; Essigsäure-n-butylester; Essigsäurepentylester; Essigsäure-tert.-butylester; Ethanol; Ethylcyclohexan; Ethylmethylcarbonat; n-Hexan; n-Heptan; 3-Hexanon; 2-Propanol; 1-Meth-

oxy-2-propanol; 3-Methyl-1-butanol; Methylcyclohexan; Methylenchlorid; Methyl-ethyl-keton; 3-Methylpentan; Methyl-propyl-carbonat; 2-Methyl-pyridin; Nitromethan; 1-Nitropropan; n-Pentan; 2-Pentanon; 3-Pentanon; Petrolether, wie Leichtbenzin; Propanol; Pyridin; tert-Butylmethylether; Tetrachlorethen; Tetrahydrofuran; Toluol; Trichlorethan; Triethylamin; Trifluoressigsäure und Xylol; insbesondere Toluol oder Cyclohexan; und/oder 4.ii) das zweite Lösemittel ausgewählt ist aus Wasser; Nitromethan; Acetonitril; Formamid; Pyruvonnitril; Thiazol; und Propylen-Carbonat.

5. Emulsion nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Polymer

- A) ein Molekulargewicht ( $M_w$ ) von mehr als 5000 g/mol aufweist; und/oder
- B) ein elastomeres Polymer ist; und/oder
- C) das Polymer ein Vinylaromatenblockcopolymer ist; und/oder
- D) eine Bruchdehnung kleiner als 700% aufweist; und/oder
- E) ein Elastizitätsmodul von kleiner als 500 MPa, bevorzugt kleiner als 200 MPa, besonders bevorzugt kleiner als 50 MPa, aufweist.

6. Emulsion nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei

- (a) das erste Lösemittel bei 70°C einen Sättigungsdampfdruck oberhalb dem des zweiten Lösemittels aufweist; und/oder
- (b) die polaren Anteile  $\delta_p$  des Hansen-Löslichkeitsparameters des ersten Lösemittels und des zweiten Lösemittels eine Differenz von mehr als 10 MPa, bevorzugt von mehr als 15 MPa, aufweisen.

7. Emulsion nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei

- I) das Gewichtsverhältnis Polymer/erstes Lösemittel im Bereich von etwa 1:100 bis etwa 3:1, stärker bevorzugt etwa 1:20 bis etwa 1:1, besonders bevorzugt etwa 1:3 bis etwa 1:1,25, liegt; und/oder
- II) das Gewichtsverhältnis zweites Lösemittel/Polymer im Bereich von etwa 5:95 bis etwa 95:5, insbesondere etwa 90:10 bis etwa 70:30 oder etwa 70:30 bis etwa 40:60 oder etwa 40:60 bis etwa 10:90, liegt; und/oder
- III) der Gehalt des Emulgators, falls vorhanden, im Bereich von 0,1 bis 40 Gew.-%, bevorzugt 0,5 bis 20 Gew.-%, besonders bevorzugt 1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Polymer in der Polymerlösung, liegt.

8. Emulsion nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der mittlere Teilchendurchmesser im Bereich von etwa 500 nm bis etwa 100  $\mu\text{m}$ , insbesondere etwa 1  $\mu\text{m}$  bis etwa 20  $\mu\text{m}$ , liegt.

9. Verfahren zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform, wobei das Verfahren die folgenden Schritte umfasst:

- 1) (a) Bereitstellung der Emulsion nach einem der Ansprüche 1, 3 bis 8 durch Lösen zumindest eines Polymers, welches ungelöst bei 23°C und 1013 mbar fest vorliegt, in einem ersten Lösemittel, um eine Polymerlösung herzustellen, und Mischen und/oder Feinverteilen der Polymerlösung in einem zweiten Lösemittel, das nicht mit dem ersten Lösemittel mischbar ist und die disperse Phase der Emulsion ausbildet, zusammen mit einem Emulgator; oder
- (b) Bereitstellung der Emulsion nach Anspruch 2 durch Lösen zumindest eines amphiphilen Polymers, welches ungelöst bei 23°C und 1013 mbar fest vorliegt, in einem ersten Lösemittel, um eine Polymerlösung herzustellen, und Mischen und/oder Feinverteilen der Polymerlösung in einem zweiten Lösemittel, das nicht mit dem ersten Lösemittel mischbar ist und die disperse Phase der Emulsion ausbildet;
- 2) Formgebung der Emulsion als Schicht;
- 3) Verfestigung der kontinuierlichen Polymerphase durch Entfernen des ersten Lösemittels;
- 4) Gleichzeitige und/oder nachfolgende Entfernung des zweiten Lösemittels; und
- 5) Gegebenenfalls Aufrollen des in Schritt 4) erhaltenen, mikrozellulären Emulsionsschaums in Form eines Films zu einer Rolle,

10. Verfahren zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform nach Anspruch 9 wobei der Siedepunkt des zweiten Lösemittels bei 1013 mbar (i)  $\geq$  des Siedepunkts des ersten Lösemittels und bevorzugt (ii)  $\leq$  der Schmelztemperatur des Polymers ist.

11. Verfahren zur Herstellung eines mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform nach Anspruch 9 oder 10, wobei das Polymer vor, während oder nach dem Entfernen des ersten Lösemittels vernetzt wird.

12. Mikrozellulärer Emulsionsschaum in Filmform, erhältlich durch das Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 11.

13. Mikrozellulärer Emulsionsschaum in Filmform nach Anspruch 12, wobei die Dichte des mikrozellulären Emulsionsschaums im Bereich von etwa  $0.10 \text{ g/cm}^3$  bis etwa  $0.9 \text{ g/cm}^3$ , vorzugsweise etwa  $0.15 \text{ g/cm}^3$  bis etwa  $0.6 \text{ g/cm}^3$ , liegt.

14. Mikrozellulärer Emulsionsschaum in Filmform nach einem der Ansprüche 12 oder 13, wobei die Schaumporengröße des mikrozellulären Emulsionsschaums im Bereich von etwa  $500 \text{ nm}$  bis etwa  $100 \mu\text{m}$ , vorzugsweise etwa  $1 \mu\text{m}$  bis etwa  $20 \mu\text{m}$ , liegt.

15. Mikrozellulärer Emulsionsschaum in Filmform nach einem der Ansprüche 12 bis 14, wobei

- die Schaumstruktur des mikrozellulären Emulsionsschaums im Wesentlichen offenzellig ist; und/oder
- die Schaumstruktur des mikrozellulären Emulsionsschaums im Wesentlichen geschlossenzellig ist; und/oder
- der Querschnitt des mikrozellulären Emulsionsschaums hinsichtlich Schaumporengröße und/oder Schaumstruktur anisotrop ist.

16. Verwendung des mikrozellulären Emulsionsschaums in Filmform nach einem der Ansprüche 12 bis 15 als Träger, Trennfilm, Haftklebstoff, Verpackungsfolie, Membran im Trennverfahren, lichtstreuende Schicht, wasser- und/oder luftdichter Schaum, Gas- oder Flüssigkeitsabsorber, Isolationsmaterial, und/oder Strukturschaum.

17. Kit, umfassend eine Emulsion nach einem der Ansprüche 1 bis 8 oder einen mikrozellulären Emulsionsschaum in Filmform nach einem der Ansprüche 12 bis 15.

18. Verbundkörper, umfassend einen mikrozellulären Emulsionsschaum in Filmform nach einem der Ansprüche 12 bis 15.

Es folgen 3 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

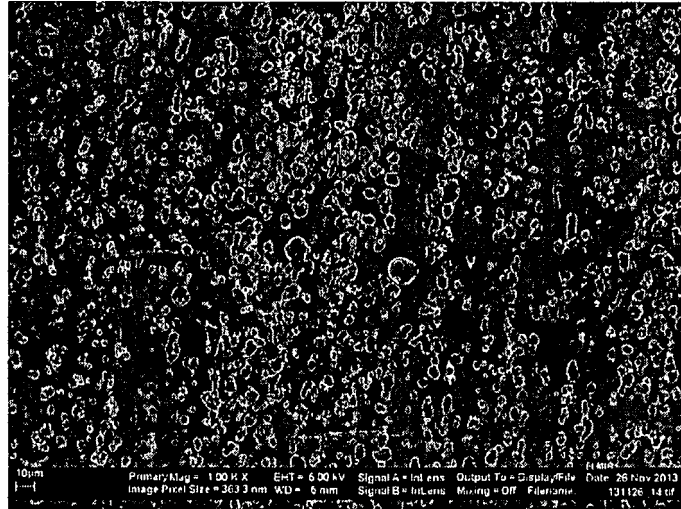


Fig. 1

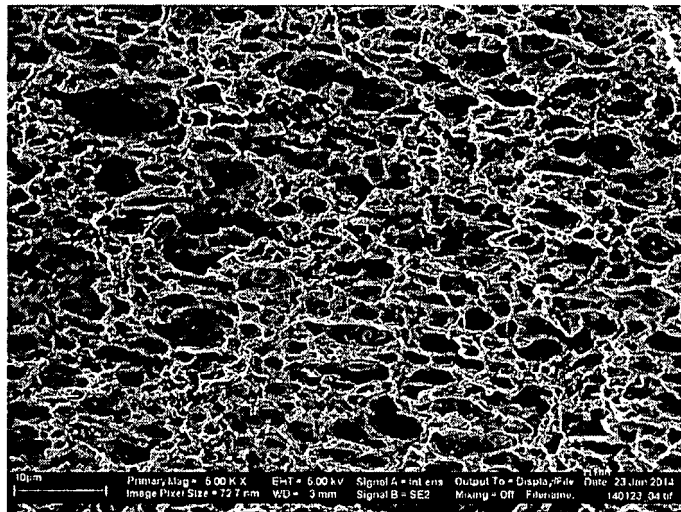


Fig. 2



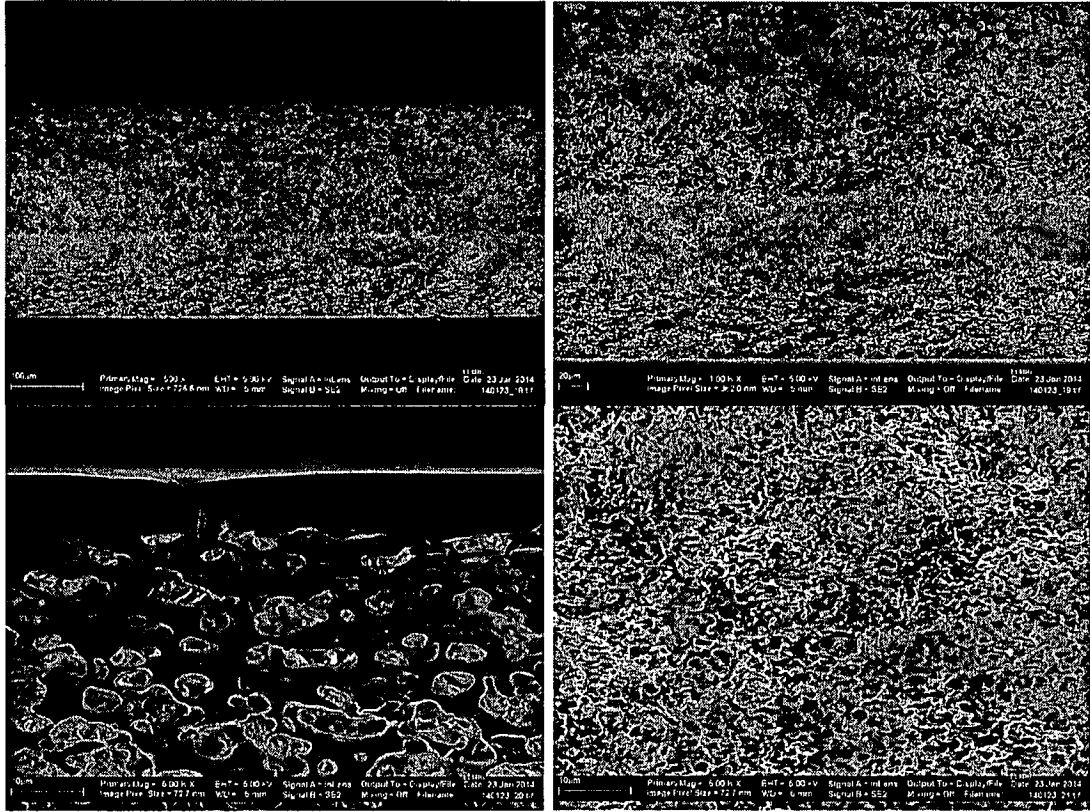


Fig. 3

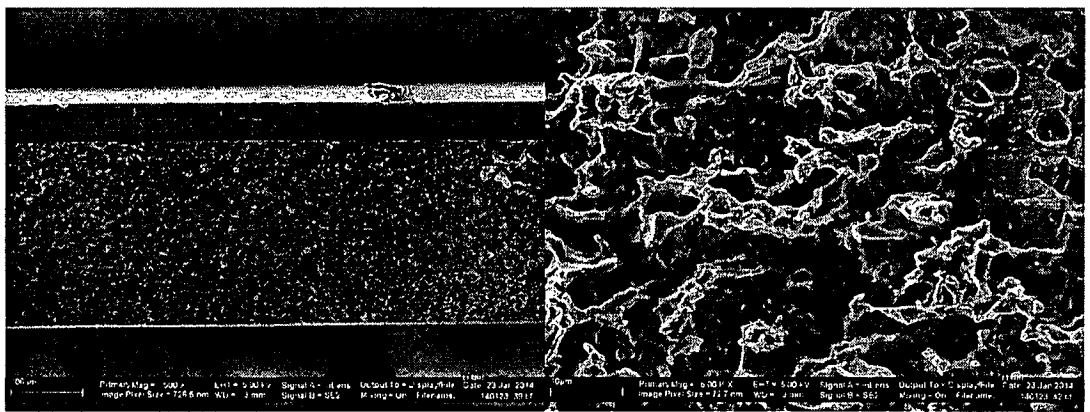


Fig. 4

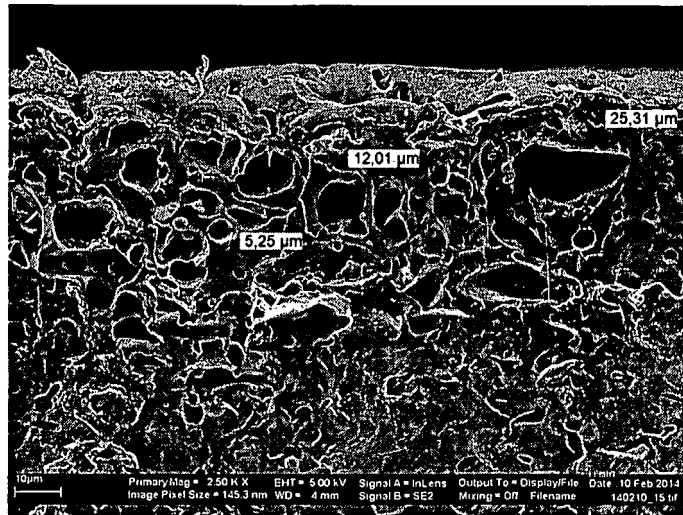


Fig. 5

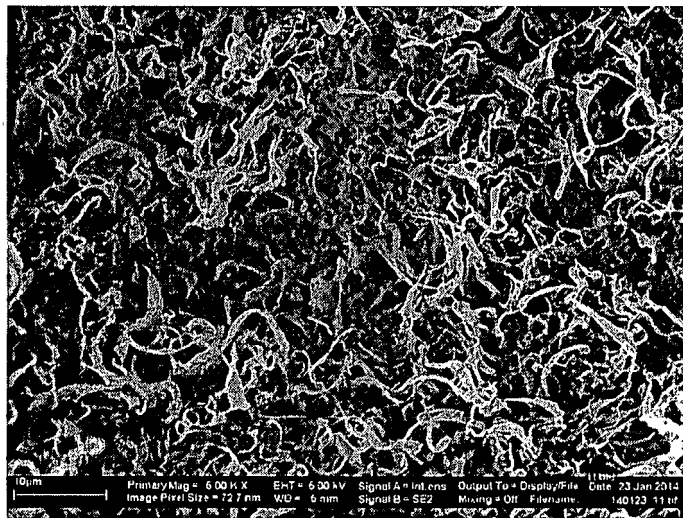


Fig. 6