

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 975 686**

51 Int. Cl.:

<b>B29C 48/00</b>	(2009.01) <i>B29K 105/24</i>	(2006.01)
<b>B29C 35/08</b>	(2006.01) <i>B29C 44/34</i>	(2006.01)
<b>B29C 44/50</b>	(2006.01)	
<b>B29C 48/21</b>	(2009.01)	
<b>B29C 44/24</b>	(2006.01)	
<b>B29C 44/56</b>	(2006.01)	
<b>B29K 105/26</b>	(2006.01)	
<b>B29K 23/00</b>	(2006.01)	
<b>B29C 35/04</b>	(2006.01)	
<b>B29L 9/00</b>	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.12.2015** **E 22181811 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.04.2024** **EP 4088906**

54 Título: **Estructuras de espuma de poliolefina multicapa reticulada coextruida a partir de material de poliolefina reciclada y métodos para fabricar las mismas**

30 Prioridad:

**30.12.2014 US 201414586781**  
**30.12.2014 US 201414586745**  
**30.12.2014 US 201414586721**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**11.07.2024**

73 Titular/es:

**TORAY PLASTICS (AMERICA) , INC. (100.0%)**  
**50 Belver Avenue**  
**N. Kingstown, RI 02852-7500, US**

72 Inventor/es:

**BALDWIN, JESSE;**  
**BOCK, KAITLYN, MICHELLE y**  
**SIERADZKI, PAWEL**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 975 686 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

Estructuras de espuma de poliolefina multicapa reticulada coextruida a partir de material de poliolefina reciclada y métodos para fabricar las mismas

**Referencia a solicitudes relacionadas**

- 5 Esta aplicación reclama el beneficio de la solicitud de patente de EE.UU No. 14/586.721, presentada el 30 de diciembre de 2014, la solicitud de patente de EE.UU No.: 14/586.745, presentada el 30 de diciembre de 2014, y la solicitud de patente de EE.UU No.: 14/586.781, presentada el 30 de diciembre de 2014.

**Campo de la invención**

- 10 Esta invención se refiere a estructuras de espuma de poliolefina multicapa. Más particularmente, a estructuras de espuma multicapa de poliolefina reticulada coextruida.

**Antecedentes de la invención**

- 15 Durante las últimas tres décadas, las empresas manufactureras han tenido éxito en el reciclaje de muchos tipos de desechos: periódicos, cartón, aluminio, acero, vidrio, varios plásticos, películas, espumas, etc. En el caso de los plásticos, hay ciertos tipos de desechos plásticos que no se reciclan fácilmente en nuevos productos comercialmente viables. Uno de estos tipos de desechos es el material de poliolefina metalizada.

- 20 Las poliolefinas metalizadas son comunes en la industria del envasado de alimentos como películas de barrera. Por ejemplo, las películas de poliolefina metalizada se usan como bolsas de patatas fritas, envoltorios de barritas de tentempié, etc. Otras aplicaciones de las películas de poliolefina metalizada, particularmente las películas de polipropileno, incluyen el envase de dispositivos electrónicos y médicos, así como compuestos dieléctricos en condensadores de películas electrónicas.

- 25 Otra aplicación de las poliolefinas metalizadas, particularmente del polipropileno, es en la industria del recubrimiento. El cromado decorativo (cromo trivalente) de polipropileno moldeado por inyección se encuentra comúnmente en electrodomésticos y aparatos domésticos, así como en componentes de otros bienes duraderos y no duraderos. Además, también es común el metalizado decorativo al vacío de partes moldeadas de polipropileno y polietileno y láminas termoformadas que incluyen, por ejemplo, bandejas de confitería.

El recubrimiento metálico de molduras de polipropileno tampoco se limita a aplicaciones decorativas. Los requisitos de ingeniería como el blindaje EMI y RFI, la disipación electrostática, la resistencia al desgaste, la resistencia al calor y las barreras térmicas y químicas a veces requieren el recubrimiento metálico de las molduras de polipropileno.

- 30 Actualmente, existen varios métodos y sistemas para recuperar y reciclar varias películas y espumas, incluidas películas y espumas que contienen poliolefinas metalizadas. Además, dado que los fabricantes intentan continuamente emplear técnicas "más ecológicas" en el proceso de fabricación, la demanda de usos comerciales para estos materiales reciclados está aumentando. Sin embargo, surgen varios problemas cuando se utiliza material reciclado en el proceso de fabricación. Con respecto a espumas, el documento WO 03/076497 A2 se refiere un método para formar espuma de polipropileno y que incluye el uso de material reciclado o de desecho en el núcleo de la espuma, pero dicho "material reciclado o de desecho" es diferente del material de espuma de poliolefina reticulada reciclada de la presente invención, que se reutiliza en el segunda capa como se define en el conjunto de reivindicaciones adjunto y que genera los inconvenientes específicos descritos en el párrafo posterior,

- 40 Con respecto a películas, el documento EP 0 679 487 A1 describe un proceso para la fabricación de una película de poliolefina multicapas, contraíble al calor, reticulada, adecuada para envasar productos alimenticios y no alimenticios, teniendo dicha película una capa núcleo de polímero termoplástico entre dos capas exteriores que comprenden polímero termoplástico diferente del polímero termoplástica de dicha capa núcleo, en donde dicha capa núcleo comprende material de desecho reciclado de la misma película.

**Compendio de la invención**

- 45 La invención se expone en las reivindicaciones adjuntas. Las realizaciones de la descripción que no caen dentro del alcance de las reivindicaciones se proporcionan únicamente con fines ilustrativos y no forman parte de la presente invención. Los solicitantes han descubierto que el uso de material reciclado para crear estructuras de espuma puede provocar variaciones superficiales no deseadas en la espuma. Estas variaciones superficiales no deseadas pueden incluir rugosidad superficial no deseada, suavidad superficial no deseada, firmeza superficial no deseada, energía superficial no deseada y compatibilidad adhesiva superficial no deseada, entre otras. En ciertas aplicaciones comerciales, como en la industria de acabados interiores de automóviles, las propiedades superficiales de la espuma son críticas. Cuando se utilizan para acabados interiores de automóviles, los laminadores normalmente laminan una película, tejido, capa de fibra o cuero a la espuma. El laminado de espuma se puede termoformar típicamente sobre un sustrato compuesto de polipropileno duro, ABS o fibra de madera. Para que la formación del laminado de espuma y/o la formación termoformada del laminado de espuma tengan éxito, las superficies de la espuma deben ser

consistentes. Las variaciones superficiales en las superficies de espuma pueden afectar negativamente la resistencia y la calidad de la laminación.

Un ejemplo de características superficiales indeseables se ilustra en las Figs. 5A y 5B. Las espumas de las Figs. 5A y 5B contienen 8% partes por cien partes de resina ("PPHR") de espuma de mezcla de polipropileno/polietileno reticulada de restos de fábrica triturados (pero no pulverizados criogénicamente). Como se muestra en las Figs. 5A-5B, las manchas oscuras y los "geles" se pueden ver como espuma reciclada de color negro que no se ha descompuesto, dispersado ni reincorporado de otra forma completamente en estas láminas de espuma. Estas manchas y "geles" pueden causar problemas a un laminador que une una película, tejido, capa de fibra o cuero a estas espumas. Específicamente, la adhesión en el "gel" puede ser más pobre y puede deslaminarse durante una operación secundaria como el termoformado, provocando un defecto visible similar a una ampolla en la película, tejido, capa de fibra o cuero.

Los solicitantes han descubierto estructuras de espuma multicapa coextruidas que incluyen una(s) capa(s) superficial(es) de espuma derivadas de material poliolefínico virgen (no reciclado) y una(s) capa(s) interior(es) de espuma derivadas de uno o más materiales poliolefínicos reciclados. Además, estas estructuras de espuma pueden incluir la(s) capa(s) de espuma reciclada intercalada(s) o enterrada(s) entre dos capas de espuma no reciclada. En consecuencia, estas estructuras de espuma multicapa pueden permitir que los fabricantes continúen utilizando material reciclado para crear productos de menor costo y más amigables con el medio ambiente que pueden funcionar con los mismos estándares que las estructuras de espuma hechas completamente de material no reciclado.

Se describen estructuras de espuma multicapa y métodos para fabricar y usar estas estructuras. Más particularmente, se describen formulaciones de unas estructuras de espuma multicapa continua coextruida, físicamente reticulada, con una morfología de celda cerrada. Estas formulaciones pueden utilizar material de poliolefina reciclado e incorporarlo en una capa. Como se indica en el presente documento, una "estructura" incluye, pero no se limita a, capas, películas, redes, láminas u otras estructuras similares.

Algunas realizaciones incluyen métodos para formar estructuras multicapa mediante la coextrusión de una capa de espuma y una capa de película en un lado de la capa de espuma. La capa de espuma puede incluir polipropileno y/o polietileno y un agente espumante químico. La capa de espuma también puede incluir un agente de reticulación y el agente espumante químico puede ser azodicarbonamida. La capa de película puede incluir polipropileno y/o polietileno. El polipropileno en cualquiera de las capas puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 230°C. El polietileno en cualquiera de las capas puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 190°C.

En algunas realizaciones, estas estructuras coextruidas pueden irradiarse con radiación ionizante. Las estructuras coextruidas pueden irradiarse hasta 4 veces por separado. La radiación ionizante puede ser rayos alfa, rayos beta, rayos gamma o haces de electrones. Además, la radiación ionizante puede ser un haz de electrones con un voltaje de aceleración de 200-1500 kV. La dosificación del haz de electrones puede ser de 10-500 kGy. La radiación ionizante puede reticular las estructuras coextruidas hasta un grado de reticulación del 20-75%.

En algunas realizaciones, las estructuras coextruidas irradiadas también pueden espumarse. El proceso de espumado puede ser continuo para formar estructuras de espuma. El espumado puede incluir calentar las estructuras irradiadas con sal fundida, calentadores radiantes, horno de aire caliente vertical, horno de aire caliente horizontal, energía de microondas o una combinación de los mismos.

Las estructuras espumadas multicapa pueden tener una densidad de 20-250 kg/m<sup>3</sup> y un espesor de 0,2-50 mm. Además, la capa de espuma puede tener un tamaño medio de celda cerrada de 0,05-1,0 mm y una rugosidad superficial media inferior a 80 µm.

Algunas realizaciones incluyen métodos para formar estructuras multicapa mediante la coextrusión de una primera capa de espuma y una segunda capa de espuma en un lado de la primera capa de espuma. La primera capa de espuma puede comprender polipropileno y/o polietileno y un primer agente espumante químico. La segunda capa de espuma puede comprender polipropileno y/o polietileno y un segundo agente espumante químico. El polipropileno en cualquiera de las capas puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 230°C. El polietileno en cualquiera de las capas puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 190°C. La primera y/o segunda capas de espuma también pueden incluir un agente de reticulación. Además, el primer y/o segundo agente espumante químico puede ser azodicarbonamida.

En algunas realizaciones, estas estructuras coextruidas pueden irradiarse con radiación ionizante. Las estructuras coextruidas pueden irradiarse hasta 4 veces por separado. La radiación ionizante puede ser rayos alfa, rayos beta, rayos gamma o haces de electrones. Además, la radiación ionizante puede ser un haz de electrones con un voltaje de aceleración de 200-1500 kV. La dosificación del haz de electrones puede ser de 10-500 kGy. La radiación ionizante puede reticular las estructuras coextruidas hasta un grado de reticulación del 20-75%.

En algunas realizaciones, las estructuras coextruidas irradiadas también pueden espumarse. El proceso de espumado puede ser continuo para formar estructuras de espuma. El espumado puede incluir el calentamiento de las estructuras irradiadas con sal fundida, calentadores radiantes, horno de aire caliente vertical, horno de aire caliente horizontal, energía de microondas o una combinación de los mismos.

- 5 Las estructuras espumadas multicapa pueden tener una densidad de 20-250 kg/m<sup>3</sup> y un espesor de 0,2-50 mm. Además, la estructura de espuma multicapa puede tener un tamaño medio de celda cerrada de 0,05-1,0 mm. Además, la primera capa de espuma y/o la segunda capa de espuma pueden tener una rugosidad superficial media de menos de 80 µm.

- 10 Algunas realizaciones incluyen métodos para formar estructuras multicapa mediante la coextrusión de una primera capa y una segunda capa en un lado de la primera capa. La primera capa puede incluir polipropileno y/o polietileno y un primer agente espumante químico. La segunda capa puede incluir 5-75% en peso de material de poliolefina metalizada reciclada; 25-95% en peso de polipropileno, polietileno o una combinación de polipropileno y polietileno; y un segundo agente espumante químico. Además, se puede coextruir una tercera capa en un lado de la segunda capa opuesto a la primera capa. La tercera capa puede comprender polipropileno y/o polietileno y un tercer agente espumante químico. Además, la primera y/o la tercera capa pueden estar sustancialmente libres de material poliolefínico reciclado. Además, cualquiera o todas las capas primera, segunda o tercera pueden incluir un agente de reticulación. Además, cualquiera o todos los agentes espumantes químicos primero, segundo o tercero pueden ser azodicarbonamida. El polipropileno en cualquier capa puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 230°C. El polietileno en cualquier capa puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 190°C.

El material de poliolefina metalizado reciclado puede ser lo suficientemente pequeño para pasar a través de un tamiz estándar de 0,95 cm (0,375 pulgadas). Además, el material de poliolefina metalizado reciclado puede haber tenido una(s) capa(s) de metal con un espesor total de 0,003-100 µm, antes de ser reciclado.

- 25 En algunas realizaciones, estas estructuras coextruidas pueden irradiarse con radiación ionizante. Las estructuras coextruidas pueden irradiarse hasta 4 veces por separado. La radiación ionizante puede ser rayos alfa, rayos beta, rayos gamma o haces de electrones. Además, la radiación ionizante puede ser un haz de electrones con un voltaje de aceleración de 200-1500 kV. La dosificación del haz de electrones puede ser de 10-500 kGy. La radiación ionizante puede reticular las estructuras coextruidas hasta un grado de reticulación del 20-75%.

- 30 En algunas realizaciones, las estructuras coextruidas irradiadas también pueden espumarse. El proceso de espumado puede ser continuo para formar estructuras de espuma. El espumado puede incluir calentar las estructuras irradiadas con sal fundida, calentadores radiantes, horno de aire caliente vertical, horno de aire caliente horizontal, energía de microondas o una combinación de los mismos.

- 35 Las estructuras espumadas multicapa pueden tener una densidad de 20-250 kg/m<sup>3</sup> y pueden tener un espesor de 0,2-50 mm. Además, la estructura de espuma multicapa puede tener un tamaño medio de celda cerrada de 0,05-1,0 mm. Además, la primera capa de espuma y/o la tercera capa de espuma pueden tener una rugosidad superficial media de menos de 80 µm.

- 40 Algunas realizaciones incluyen una estructura de espuma multicapa que tiene una primera capa de espuma coextruida que incluye polipropileno y/o polietileno y una segunda capa de espuma coextruida en un lado de la primera capa de espuma. La segunda capa de espuma puede incluir 5-75% en peso de material de poliolefina metalizado reciclado y 25-95% en peso de polipropileno, polietileno o una combinación de polipropileno y polietileno. La estructura de espuma multicapa también puede incluir una tercera capa de espuma coextruida en un lado de la segunda capa de espuma opuesto a la primera capa de espuma. La tercera capa puede incluir polipropileno y/o polietileno. La primera capa de espuma y/o la tercera capa de espuma pueden estar sustancialmente libres de material poliolefínico reciclado. El polipropileno en cualquier capa puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 230°C. El polietileno en cualquier capa puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 190°C.

- 45 Las estructuras de espuma multicapa pueden tener una densidad de 20-250 kg/m<sup>3</sup> y pueden tener un espesor de 0,2-50 mm. Además, la estructura de espuma multicapa puede tener un tamaño medio de celda cerrada de 0,05-1,0 mm. La estructura de espuma multicapa también puede tener un grado de reticulación de 20-75%. Además, la primera capa de espuma y/o la tercera capa de espuma pueden tener una rugosidad superficial media de menos de 80 µm. Además, en algunas realizaciones, la estructura de espuma multicapa se puede cortar, aserrar por fricción, cizallar, cortar con calor, cortar con láser, cortar con plasma, cortar con chorro de agua, troquelar, cortar mecánicamente o cortar manualmente para formar un artículo.

- 50 Algunas realizaciones incluyen un laminado que incluye una estructura de espuma multicapa y una capa de laminado. La estructura de espuma multicapa puede incluir una primera capa de espuma coextruida que incluye polipropileno y/o polietileno y una segunda capa de espuma coextruida en un lado de la primera capa de espuma. La segunda capa de espuma puede incluir 5-75% en peso de material de poliolefina metalizado reciclado y 25-95% en peso de polipropileno, polietileno o una combinación de polipropileno y polietileno. La capa de laminado puede estar en un lado de la primera capa de espuma opuesto a la segunda capa de espuma. La capa de laminado puede ser una película,

un tejido, una capa de fibra o un cuero. La primera capa de espuma puede tener una rugosidad superficial media inferior a 80  $\mu\text{m}$ . La estructura de espuma multicapa también puede incluir una tercera capa de espuma coextruida en un lado de la segunda capa de espuma opuesto a la primera capa de espuma. La tercera capa puede incluir polipropileno y/o polietileno. Las capas primera y/o tercera pueden estar sustancialmente libres de material poliolefínico reciclado. Además, el laminado se puede termoformar adicionalmente sobre un sustrato de manera que el sustrato esté en un lado de la tercera capa de espuma opuesto a la segunda capa de espuma.

Algunas realizaciones incluyen métodos para formar estructuras multicapa mediante la coextrusión de una primera capa y una segunda capa en un lado de la primera capa. La primera capa puede incluir polipropileno y/o polietileno y un primer agente espumante químico. La segunda capa puede incluir 5-50% en peso de material de espuma de poliolefina reticulada reciclada; 50-95% en peso de polipropileno, polietileno o una combinación de polipropileno y polietileno; y un segundo agente espumante químico. Además, se puede coextruir una tercera capa en un lado de la segunda capa opuesto a la primera capa. La tercera capa puede comprender polipropileno y/o polietileno y un tercer agente espumante químico. Además, la primera y/o la tercera capa pueden estar sustancialmente libres de material poliolefínico reciclado. Además, cualquiera o todas las capas primera, segunda o tercera pueden incluir un agente de reticulación. Además, cualquiera o todos los agentes espumantes químicos primero, segundo o tercero pueden ser azodicarbonamida. El polipropileno en cualquier capa puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 230°C. El polietileno en cualquier capa puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 190°C.

El material de espuma de poliolefina reticulada y reciclada puede ser material de espuma de poliolefina pulverizada criogénicamente. El material de espuma de poliolefina pulverizada criogénicamente puede ser lo suficientemente pequeño como para pasar a través de una malla estándar de EE. UU. de 3,5.

En algunas realizaciones, estas estructuras coextruidas pueden irradiarse con radiación ionizante. Las estructuras coextruidas pueden irradiarse hasta 4 veces por separado. La radiación ionizante puede ser rayos alfa, rayos beta, rayos gamma o haces de electrones. Además, la radiación ionizante puede ser un haz de electrones con un voltaje de aceleración de 200-1500 kV. La dosificación del haz de electrones puede ser de 10-500 kGy. La radiación ionizante puede reticular las estructuras coextruidas hasta un grado de reticulación del 20-75%.

En algunas realizaciones, las estructuras coextruidas irradiadas también pueden espumarse. El proceso de formación de espuma puede ser continuo para formar estructuras de espuma. El espumado puede incluir calentar las estructuras irradiadas con sal fundida, calentadores radiantes, horno de aire caliente vertical, horno de aire caliente horizontal, energía de microondas o una combinación de los mismos.

Las estructuras espumadas multicapa pueden tener una densidad de 20-250 kg/m<sup>3</sup> y pueden tener un espesor de 0,2-50 mm. Además, la estructura de espuma multicapa puede tener un tamaño medio de celda cerrada de 0,05-1,0 mm. Además, la primera capa de espuma y/o la tercera capa de espuma pueden tener una rugosidad superficial media de menos de 80  $\mu\text{m}$ .

Algunas realizaciones incluyen una estructura de espuma multicapa que tiene una primera capa de espuma coextruida que incluye polipropileno y/o polietileno y una segunda capa de espuma coextruida en un lado de la primera capa de espuma. La segunda capa de espuma incluye, según la invención, 5-50% en peso de material de espuma de poliolefina reticulada reciclada y 50-95% en peso de polipropileno, polietileno o una combinación de polipropileno y polietileno. La estructura de espuma multicapa también puede incluir una tercera capa de espuma coextruida en un lado de la segunda capa de espuma opuesto a la primera capa de espuma. La tercera capa puede incluir polipropileno y/o polietileno. La primera capa de espuma y/o la tercera capa de espuma pueden estar sustancialmente libres de material poliolefínico reciclado. El polipropileno en cualquier capa puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 230°C. El polietileno en cualquier capa puede tener un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 190°C. El material de espuma de poliolefina reticulada y reciclada puede incluir material de espuma de poliolefina pulverizada criogénicamente.

Las estructuras espumadas multicapa pueden tener una densidad de 20-250 kg/m<sup>3</sup> y pueden tener un espesor de 0,2-50 mm. Además, la estructura de espuma multicapa puede tener un tamaño medio de celda cerrada de 0,05-1,0 mm. La estructura de espuma multicapa también puede tener un grado de reticulación de 20-75%. Además, la primera capa de espuma y/o la tercera capa de espuma pueden tener una rugosidad superficial media de menos de 80  $\mu\text{m}$ . Además, en algunas realizaciones, la estructura de espuma multicapa se puede cortar, aserrar por fricción, cizallar, cortar con calor, cortar con láser, cortar con plasma, cortar con chorro de agua, troquelar, cortar mecánicamente o cortar manualmente para formar un artículo.

Algunas realizaciones incluyen un laminado que incluye una estructura de espuma multicapa y una capa de laminado. La estructura de espuma multicapa puede incluir una primera capa de espuma coextruida que incluye polipropileno y/o polietileno y una segunda capa de espuma coextruida en un lado de la primera capa de espuma. La segunda capa de espuma incluye, según la invención, 5-50% en peso de material de espuma de poliolefina reticulada reciclada y 50-95% en peso de polipropileno, polietileno o una combinación de polipropileno y polietileno. La capa de laminado puede estar en un lado de la primera capa de espuma opuesto a la segunda capa de espuma. La capa de laminado puede ser una película, un tejido, una capa de fibra o un cuero. La primera capa de espuma puede tener una rugosidad

superficial media inferior a 80 µm. El material de espuma de poliolefina reticulada y reciclada puede incluir material de espuma de poliolefina pulverizada criogénicamente. La estructura de espuma multicapa también puede incluir una tercera capa de espuma coextruida en un lado de la segunda capa de espuma opuesto a la primera capa de espuma. La tercera capa puede incluir polipropileno y/o polietileno. Las capas primera y/o tercera pueden estar sustancialmente libres de material poliolefínico reciclado. Además, el laminado se puede termoformar adicionalmente sobre un sustrato de manera que el sustrato esté en un lado de la tercera capa de espuma opuesto a la segunda capa de espuma.

Se entiende que los aspectos y realizaciones de la invención descrita en el presente documento están definidos por las reivindicaciones adjuntas.

En la descripción, "sustancialmente libre de" un componente específico, una composición específica, un compuesto específico o un ingrediente específico en diversas realizaciones significa que menos de aproximadamente el 5%, menos de aproximadamente el 2%, menos de aproximadamente el 1%, menos de aproximadamente el 0,5%, menos de aproximadamente el 0,1%, menos de aproximadamente el 0,05%, menos de aproximadamente el 0,025% o menos de aproximadamente el 0,01% del componente específico, la composición específica, el compuesto específico o el ingrediente específico está presente en peso. Preferiblemente, "sustancialmente libre de" un componente específico, una composición específica, un compuesto específico o un ingrediente específico indica que menos de aproximadamente el 1% del componente específico, la composición específica, el compuesto específico o el ingrediente específico está presente en peso.

Las ventajas adicionales de esta invención serán fácilmente evidentes para los expertos en la técnica a partir de la siguiente descripción detallada. Como se comprenderá, esta invención es susceptible de otras y diferentes realizaciones, y sus detalles son susceptibles de modificaciones en varios aspectos obvios, tal como se define en las reivindicaciones adjuntas. En consecuencia, los ejemplos y la descripción deben considerarse de naturaleza ilustrativa y no restrictiva.

### Breve descripción de los dibujos

Ahora se describirán realizaciones ejemplares de la invención con referencia a las figuras adjuntas, en las que:

La Fig. 1A es una fotografía ampliada retroiluminada de la espuma del ejemplo 1;

La Fig. 1B es una foto no ampliada con iluminación frontal de la espuma del ejemplo 1;

La Fig. 1C es una fotografía ampliada retroiluminada del ejemplo 1 sin espumar;

La Fig. 2A es una fotografía ampliada retroiluminada de la espuma del ejemplo 2;

La Fig. 2B es una foto no ampliada con iluminación frontal de la espuma del ejemplo 2;

La Fig. 2C es una fotografía ampliada retroiluminada del ejemplo 2 sin espumar;

La Fig. 3A es una primera fotografía ampliada retroiluminada de la espuma del ejemplo 3;

La Fig. 3B es una segunda fotografía ampliada retroiluminada de la espuma del ejemplo 3;

La Fig. 3C es una primera foto no ampliada con iluminación frontal de la espuma del ejemplo 3;

La Fig. 3D es una segunda foto no ampliada con iluminación frontal de la espuma del ejemplo 3;

La Fig. 3E es una fotografía ampliada retroiluminada del ejemplo 3 sin espumar;

La Fig. 4A es una fotografía ampliada retroiluminada de la espuma del ejemplo 4;

La Fig. 4B es una foto no ampliada con iluminación frontal de la espuma del ejemplo 4;

La Fig. 4C es una fotografía ampliada retroiluminada del ejemplo 4 sin espumar;

La Fig. 5A es una primera fotografía de una espuma que contiene espuma de poliolefina reticulada reciclada triturada.

La Fig. 5B es una segunda foto de una espuma que contiene espuma de poliolefina reticulada reciclada triturada.

### Descripción detallada de la invención

La invención se expone en las reivindicaciones adjuntas. Las realizaciones de la descripción que no caen dentro del alcance de las reivindicaciones se proporcionan únicamente con fines ilustrativos y no forman parte de la presente invención. Se describen métodos para producir estructuras de espuma multicapa coextruida de celdas cerradas reticuladas. Una capa o capas de la estructura de espuma multicapa pueden derivarse de material de poliolefina reciclada. Los métodos para producir una estructura de espuma multicapa coextruida de celdas cerradas reticulada

que incluye una capa de espuma de poliolefina reciclada pueden incluir las etapas de (a) coextrusión, (b) irradiación y (c) espumado.

5 La coextrusión es la extrusión de múltiples capas de material simultáneamente. Este tipo de extrusión utiliza dos o más extrusoras para entregar un rendimiento volumétrico constante de material a un cabezal de extrusión (matriz) que puede extruir los materiales en la forma deseada.

10 En la etapa de coextrusión, las composiciones de espuma se pueden alimentar a múltiples extrusoras para formar una estructura multicapa sin espumar. Por ejemplo, una composición de espuma "A" se puede alimentar a una extrusora y una composición de espuma "B" se puede alimentar a una segunda extrusora. El método de alimentación de ingredientes en las extrusoras se puede basar en el diseño de la extrusora y el equipo de manipulación de materiales disponible. Si es necesario, se pueden realizar mezclas previas de los ingredientes de las composiciones de espuma para facilitar su dispersión. Se puede usar un mezclador Henschel para dicha mezcla previa. Todos los ingredientes se pueden premezclar y alimentar a través de un solo puerto en la extrusora. Los ingredientes también se pueden alimentar individualmente a través de puertos designados separados para cada ingrediente. Por ejemplo, si el promotor de reticulación o cualquier otro aditivo es un líquido, el promotor y/o los aditivos se pueden agregar a través de una

15 puerta (o puertas) de alimentación en la extrusora o a través de una abertura de ventilación en la extrusora (si está equipada con una ventilación) en lugar de premezclarse con ingredientes sólidos. También se pueden emplear combinaciones de "premezclado" y alimentación por puerto de ingredientes individuales.

20 Cada extrusora puede entregar una cantidad constante de cada composición en uno o más colectores seguidos de una matriz de laminado para crear una lámina multicapa coextruida sin espumar. Existen dos métodos comunes para la coextrusión de materiales: (1) colectores de bloques de alimentación; y (2) múltiples colectores dentro de la matriz. Los elementos de un colector de bloque de alimentación pueden incluir: (a) puertos de entrada para las capas superior, media e inferior; (b) un área de laminación por fusión aerodinámica que canaliza corrientes de flujo separadas en una corriente de fusión laminada dentro del bloque de alimentación; (c) una placa adaptadora entre el bloque de alimentación y la matriz laminar; y/o (d) una matriz laminar (similar a una matriz monocapa), en la que la corriente de material fundido laminado entra en el centro de la matriz y se extiende a lo largo del colector que sale de la salida de la matriz como un extruido multicapa diferenciado. Los elementos de una matriz de múltiples colectores pueden ser:

25 (a) similares a una matriz monocapa, excepto que hay más de un canal de alimentación; (b) que cada canal de fusión tenga su propia barra estranguladora para el control del flujo; y/o (c) que las corrientes de fusión converjan dentro de la matriz cerca de la salida y emerjan como un extruido multicapa diferenciado.

30 Los espesores de las capas se pueden determinar mediante el diseño (del) de los colector(es) y la matriz. Por ejemplo, un colector de bloque de alimentación 80/20 puede suministrar composiciones en una proporción de aproximadamente 4:1 cuando la velocidad y el tamaño de cada extrusora se ajustan en consecuencia. Esta relación se puede alterar cambiando, por ejemplo: (a) la velocidad de extrusión relativa entre una extrusora y otra; (b) el tamaño relativo de cada extrusora; y/o (c) la composición (es decir, la viscosidad) de las capas individuales.

35 El espesor de la lámina multicapa total puede controlarse mediante el espacio de matriz total. Sin embargo, el espesor total de la lámina multicapa se puede ajustar aún más, por ejemplo, estirando (es decir, "estirando") el extruido multicapa fundido y/o aplanando el extruido multicapa fundido a través de un estrechamiento.

40 Las estructuras multicapa pueden incluir al menos 2 capas formadas por diferentes composiciones. En algunas realizaciones, las estructuras multicapa incluyen al menos 2 capas constituidas por diferentes composiciones de espuma. En algunas realizaciones, la estructura multicapa incluye al menos una capa de poliolefina no reciclada y al menos una capa de poliolefina reciclada. Por ejemplo, la estructura puede ser una estructura en capas A/B, una estructura en capas A/B/A, una estructura en capas A/B/C o puede tener muchas otras capas. En algunas estructuras, la capa B puede incluir material poliolefínico reciclado y la capa A puede incluir material poliolefínico no reciclado. Sin embargo, tanto las capas A, B y otras pueden estar constituidas por material de poliolefina no reciclada o también de material de poliolefina reciclada. Además, las estructuras multicapa pueden incluir capas adicionales tales como capas de unión, capas de película y/o capas de espuma adicionales (incluidas capas adicionales recicladas y/o no recicladas), entre otras.

45

50 La composición de espuma alimentada a la extrusora para formar la(s) capa(s) no reciclada(s) puede(n) incluir al menos un polipropileno, al menos un polietileno o una combinación de los mismos. Estos polipropileno(s) y/o polietileno(s) incluyen los mismos tipos que se describen a continuación con respecto al material de poliolefina metalizada reciclada. Es decir, el polipropileno incluye, pero no se limita a, polipropileno, polipropileno modificado contra impactos, copolímero de polipropileno y etileno, copolímero de polipropileno y etileno modificado contra impactos, polipropileno de metaloceno, copolímero de polipropileno y etileno de metaloceno, copolímero de bloque de olefina de polipropileno de metaloceno (con una secuencia de bloque controlada), plastómero de poliolefina a base de polipropileno, elasto-plastómero de poliolefina a base de polipropileno, elastómero de poliolefina a base de polipropileno, mezcla de poliolefina termoplástica a base de polipropileno y mezcla elastomérica termoplástica a base de polipropileno. Además, los polipropilenos se pueden injertar con anhídrido maleico. Además, el polietileno incluye, pero no se limita a, LDPE, LLDPE, VLDPE, VLLDPE, HDPE, copolímero de polietileno y propileno, polietileno de metaloceno, copolímero de etileno y propileno de metaloceno y copolímero de bloque de olefina y polietileno de

55

60 metaloceno (con una secuencia de bloques controlada), cualquiera de los cuales puede contener compatibilizadores

inertados o copolímeros que contienen grupos acetato y/o éster. Estos polietilenos se pueden injertar con anhídrido maleico. Estos polietilenos también pueden ser copolímeros y terpolímeros que contienen grupos acetato y/o éster y pueden ser ionómeros copolímeros y terpolímeros que contienen grupos acetato y/o éster. La composición de espuma alimentada a la extrusora para formar la(s) capa(s) no reciclada(s) puede incluir al menos aproximadamente el 75% en peso de polipropileno no reciclado, polietileno o una combinación de los mismos, preferiblemente al menos aproximadamente el 90% en peso, más preferiblemente al menos al menos aproximadamente el 95% en peso, e incluso más preferiblemente al menos aproximadamente el 98% en peso. Además, las composiciones de espuma alimentadas a la extrusora para formar la(s) capa(s) no reciclada(s) pueden estar sustancialmente libres de material poliolefínico reciclado. Las composiciones de espuma alimentadas a la extrusora para formar la(s) capa(s) no reciclada(s) también pueden ser 100% en peso de material virgen o no reciclado.

Dado que se puede crear una amplia gama de laminados y artículos de espuma multicapa con las composiciones de espuma descritas, se puede emplear una amplia gama de polipropilenos y polietilenos en las composiciones de espuma para satisfacer los diversos requisitos de uso final de las estructuras, artículos y laminados.

Las composiciones de espuma alimentadas a las extrusoras para formar la(s) capa(s) reciclada(s) pueden incluir material reciclado que incluye, pero no se limita a, material de poliolefina reciclada, material de poliolefina metalizada reciclada, material de película de poliolefina reciclada, material de película metalizada de poliolefina reciclada, material de espuma de poliolefina reciclada, material de espuma metalizada de poliolefina reciclada, o combinaciones de los mismos. La composición de espuma alimentada a la extrusora para formar la(s) capa(s) reciclada(s) puede incluir al menos aproximadamente el 5% en peso de material reciclado, preferiblemente al menos aproximadamente el 10% en peso, y más preferiblemente al menos aproximadamente el 15% en peso. Además, estas composiciones de espuma alimentadas a las extrusoras para formar la(s) capa(s) reciclada(s) pueden incluir al menos aproximadamente el 25% en peso, preferiblemente al menos aproximadamente el 30% en peso, y más preferiblemente al menos aproximadamente el 40% en peso de polipropileno, polietileno, o combinaciones de los mismos.

Cuando las composiciones de espuma alimentadas a la extrusora para formar la(s) capa(s) reciclada(s) incluyen material de poliolefina metalizada reciclada, la composición de espuma puede incluir de aproximadamente 5 a aproximadamente 75% en peso de material de poliolefina metalizada reciclada, preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 70% en peso, y más preferiblemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 60% en peso. Además, estas composiciones de espuma de poliolefina metalizada reciclada pueden incluir de aproximadamente 25 a aproximadamente 95% en peso, preferiblemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 90% en peso, y más preferiblemente de aproximadamente 40 a aproximadamente 80% en peso de polipropileno, polietileno o combinaciones de los mismos.

El material de poliolefina metalizada reciclada está disponible en varias formas. Los ejemplos incluyen, pero no se limitan a: bolitas, gránulos, virutas, escamas, perlas, cilindros, varillas, pelusa y polvo. En algunas realizaciones, el material de poliolefina metalizada reciclada se puede obtener como gránulos homogéneos utilizando el proceso descrito en el documento WO 2013057737 A2. En algunas realizaciones, se pueden obtener virutas o escamas de material de poliolefina metalizada reciclada a partir de trituradoras y picadoras de plástico comúnmente utilizadas para reducir el tamaño de perfiles de desecho, piezas moldeadas por inyección, etc. En un tercer ejemplo, el material de poliolefina metalizada pulverizada se puede obtener de equipos comerciales de pulverización o de pulverización criogénica.

Independientemente de la forma, se puede preferir que las piezas de material reciclado sean de tamaño reducido para pasar a través de un tamiz estándar de aproximadamente 0,375 pulgadas (9,5 mm). Las piezas recicladas que no pasan por un tamiz estándar de aproximadamente 0,375 pulgadas (9,5 mm) pueden ser difíciles de cortar y mezclar suficientemente con otros ingredientes dentro de la extrusora. Por lo tanto, es posible que no se obtenga una estructura homogénea.

Las principales fuentes de poliolefinas metalizadas son las industrias de metalización y recubrimiento de metales. Estas industrias emplean diversas técnicas para obtener poliolefinas metalizadas, incluida la metalización al vacío, la pulverización por arco o llama, el galvanización no electrolítica o el galvanización no electrolítica seguido de la galvanoplastia. Los recubrimientos a menudo no se limitan a una capa metálica. La poliolefina recubierta con múltiples capas de diferentes metales depositados usando diferentes técnicas también se puede usar en la invención descrita.

Las poliolefinas metalizadas se pueden obtener mediante metalización al vacío, pulverización con arco o llama, galvanización no electrolítica o galvanización no electrolítica seguido de galvanoplastia. Cada técnica para obtener poliolefinas metalizadas se describe brevemente a continuación:

En la metalización al vacío, un metal se evapora en una cámara de vacío. Luego, el vapor se condensa sobre la superficie del sustrato, dejando una fina capa de recubrimiento metálico. Este proceso de deposición también se denomina comúnmente deposición física de vapor (PVD).

En la pulverización con llama, se utiliza un dispositivo manual para pulverizar una capa de recubrimiento metálico sobre el sustrato. La fuerza principal detrás de la deposición es una llama de combustión, impulsada por oxígeno y gas. El polvo metálico se calienta y se derrite. La llama de combustión acelera la mezcla y la libera en forma de pulverizado.

La pulverización por arco es similar a la pulverización por llama, pero la fuente de energía es diferente. En lugar de depender de una llama de combustión, la pulverización por arco deriva su energía de un arco eléctrico. Dos cables, compuestos del material de recubrimiento metálico y que transportan corriente eléctrica de CC, se tocan en sus extremos. La energía que se libera, cuando los dos cables se tocan, calienta y funde el cable, mientras que una corriente de gas deposita el metal fundido sobre la superficie del sustrato, creando una capa de metal.

En la galvanización no electrolítica, la superficie del plástico se graba con una solución oxidante. La superficie se vuelve extremadamente susceptible a los enlaces de hidrógeno como resultado de la solución oxidante y normalmente aumenta durante la aplicación del recubrimiento. El recubrimiento se produce cuando el componente de poliolefina (después del grabado) se sumerge en una solución que contiene iones metálicos, que luego se unen a la superficie plástica como una capa de metal.

Para que la galvanoplastia (galvanización electrolítica) tenga éxito, la superficie de poliolefina primero debe volverse conductora, lo que se puede lograr a través de la galvanización no electrolítica. Una vez que la superficie de poliolefina es conductora, el sustrato se sumerge en una solución. En la solución hay sales metálicas, conectadas a una fuente de corriente positiva (cátodo). También se coloca un conductor anódico (cargado negativamente) en el baño, que crea un circuito eléctrico junto con las sales cargadas positivamente. Las sales metálicas son atraídas eléctricamente al sustrato, donde crean una capa de metal. A medida que ocurre este proceso, el conductor anódico, generalmente hecho del mismo tipo de metal que las sales metálicas, se disuelve en la solución y reemplaza la fuente de sales metálicas, que se agota durante la deposición.

La cantidad de recubrimiento que se puede depositar por cada técnica varía. Dependiendo de los requisitos del uso final, una técnica puede ser preferible a otra. No obstante, los recubrimientos metálicos depositados por estas técnicas oscilarán de aproximadamente 0,003  $\mu\text{m}$  para una sola capa a 100  $\mu\text{m}$  para un recubrimiento multicapa, preferiblemente de 0,006  $\mu\text{m}$  para una sola capa a 75  $\mu\text{m}$  para un recubrimiento multicapa, y más preferiblemente de 0,01 a  $\mu\text{m}$  para una sola capa a 50  $\mu\text{m}$  para un recubrimiento multicapa. El metal en las poliolefinas metalizadas recicladas varía de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 5% en peso.

El recubrimiento metálico más común aplicado a las poliolefinas es el aluminio. Los recubrimientos menos comunes son el cromo trivalente, el níquel y el cobre. Recubrimientos aún menos comunes son, pero no se limitan a, estaño, cromo hexavalente, oro, plata, así como metales co-depositados como el níquel-cromo. Los expertos en la técnica apreciarán que estos recubrimientos metálicos no son necesariamente recubrimientos elementales puros. Por ejemplo, "níquel" puede ser una aleación de níquel-fósforo o níquel-boro y "cobre" puede ser una aleación de cobre-zinc (latón) o una aleación de cobre-estaño (bronce). Independientemente de si el metal está o no aleado, el metal específico sigue siendo el componente principal del recubrimiento. Puede preferirse que el recubrimiento metálico contenga del 70 al 100% del metal mencionado, más preferiblemente del 80 al 100% del metal mencionado y aún más preferiblemente del 85 al 100% del metal mencionado. Los expertos en la técnica también apreciarán que la superficie de las capas de metal se puede oxidar y algunos de los metales se pueden deslustrar.

Tanto las películas de polipropileno como las de polietileno se pueden metalizar al vacío en la industria de metalización de películas. Por lo tanto, debe esperarse que cualquier poliolefina metalizada reciclada pueda contener al menos un polipropileno, o al menos un polietileno, o una mezcla de ambos. Para aplicaciones de barrera (en lugar de aplicaciones decorativas), tanto las películas de polipropileno como las de polietileno se pueden coextruir con otros materiales de capa de barrera, como EVOH y PVOH. En tales casos, estas películas multicapa pueden tener "capas de unión" adhesivas para unir el EVOH y el PVOH al polipropileno o al polietileno. Estas capas de unión varían en poliolefinas desde OBC hasta polietileno con grupos acetato o éster hasta ionómeros de polietileno.

Asimismo, los polipropilenos y polietilenos injertados con anhídrido maleico también se utilizan en la industria para mejorar la adherencia, no solo con EVOH o PVOH contiguos sino también con los recubrimientos metálicos.

En la industria de recubrimientos metálicos, a menudo se prefiere el polipropileno al polietileno. Sin embargo, debido a los requisitos de uso final más amplios para los artículos producidos en esta industria, los polipropilenos se pueden mezclar con otras olefinas para cumplir, por ejemplo, requisitos de suavidad, requisitos de impacto o requisitos de adhesión, etc. Por consiguiente, se espera que cualquier poliolefina metalizada reciclada de esta industria pueda ser una poliolefina mezclada.

El(los) polipropileno(s) que comprende(n) el componente de poliolefina de la poliolefina reciclada puede(n) contener un componente elástico o suavizante, típicamente un componente de etileno,  $\alpha$ -olefina o caucho. Por lo tanto, el término "polipropileno" en esta descripción incluye, pero no se limita a, polipropileno, polipropileno modificado contra impactos, copolímero de polipropileno-etileno, copolímero de polipropileno-etileno modificado contra impactos, polipropileno de metaloceno, copolímero de polipropileno de metaloceno-etileno, copolímero de bloque de olefina de polipropileno metaloceno (con una secuencia de bloque controlada), plastómero de poliolefina a base de polipropileno, elasto-plastómero de poliolefina a base de polipropileno, elastómero de poliolefina a base de polipropileno, mezcla de poliolefina termoplástica a base de polipropileno y mezcla elastomérica termoplástica a base de polipropileno.

Un ejemplo no limitante de "polipropileno" es un homopolipropileno isotáctico. Los ejemplos comercialmente disponibles incluyen, pero no se limitan a, FF018F de Braskem, 3271 de Total Petrochemicals y COPYLENE™ CH020 de Conoco.

- 5 Un ejemplo no limitante de un "polipropileno modificado contra impactos" es un homopolipropileno con caucho de copolímero de etileno-propileno (EP). El caucho puede ser amorfo o semicristalino, pero no está en cantidades suficientes para que el material tenga propiedades plastoméricas o elastoméricas. Unos pocos ejemplos no limitantes de "polipropileno modificado contra impactos" disponibles comercialmente son TI4015F y TI4015F2 de Braskem y Pro-fax® 8623 y Pro-fax® SB786 de LyondellBasell.
- "Copolímero de polipropileno-etileno" es polipropileno con unidades de etileno aleatorias. Unos pocos ejemplos no limitantes de "copolímero de polipropileno-etileno" disponibles comercialmente son 6232, 7250FL y Z9421 de Total Petrochemicals y TR3020F de Braskem.
- 10 "Copolímero de polipropileno-etileno modificado contra impactos" es polipropileno con unidades aleatorias de etileno y con caucho de copolímero de etileno-propileno (EP). El caucho puede ser amorfo o semicristalino, pero no está en cantidades suficientes para que el material tenga propiedades plastoméricas o elastoplastoméricas. Un ejemplo no limitante de un copolímero de polipropileno-etileno modificado contra impactos disponible comercialmente es PRISMA™ 6910 de Braskem.
- 15 "Polipropileno de metaloceno" es homopolipropileno sindiotáctico de metaloceno, homopolipropileno atáctico de metaloceno y homopolipropileno isotáctico de metaloceno. Ejemplos no limitantes de " polipropileno de metaloceno" son los disponibles comercialmente bajo los nombres comerciales METOCENE™ de LyondellBasell y ACHIEVE™ de ExxonMobil. Los polipropilenos de metaloceno también están disponibles comercialmente en Total Petrochemicals e incluyen, pero no se limitan a, los grados M3551, M3282MZ, M7672, 1251, 1471, 1571 y 1751.
- 20 "Copolímero de polipropileno de metaloceno - etileno" es polipropileno sindiotáctico de metaloceno, atáctico de metaloceno e isotáctico de metaloceno con unidades de etileno aleatorias. Los ejemplos comercialmente disponibles incluyen, pero no se limitan a, Lumicene® MR10MX0 y Lumicene® MR60MC2 de Total Petrochemicals y Purell® SM170G de LyondellBasell.
- 25 El "copolímero de bloque de olefina de polipropileno de metaloceno" es un polipropileno con "bloques" duros cristalizables y "bloques" blandos amorfos alternos que no están distribuidos al azar, es decir, con una secuencia de bloques controlada. Un ejemplo de "copolímero de bloque de olefina de polipropileno de metaloceno" incluye, pero no se limitan a, la línea de productos INTUNE™ de Dow Chemical Company.
- 30 El "plastómero de poliolefina a base de polipropileno" (POP) y el "elastoplastómero de poliolefina a base de polipropileno" son copolímeros a base de propileno tanto de metaloceno como de no metaloceno con propiedades plastoméricas y elastoplastoméricas. Ejemplos no limitantes son los disponibles comercialmente bajo el nombre comercial VERSIFY™ (metaloceno) de the Dow Chemical Company, VISTAMAXX™ (metaloceno) de ExxonMobil y KOATTRO™ (no metaloceno) de LyondellBasell (una línea de polímeros plastoméricos a base de buteno-1; ciertos grados son materiales a base de homopolímero de buteno-1 y otros son materiales a base de copolímero de polipropileno-buteno-1).
- 35 El "elastómero de poliolefina a base de polipropileno" (POE) es un copolímero a base de propileno tanto de metaloceno como de no metaloceno con propiedades elastoméricas. Ejemplos no limitantes de elastómeros de poliolefina a base de propileno son aquellos polímeros disponibles comercialmente bajo los nombres comerciales THERMORUN™ y ZELAS™ (no metaloceno) de Mitsubishi Chemical Corporation, ADFLEX™ y SOFTELL™ (ambos no metalocenos) de LyondellBasell, VERSIFY™ (metaloceno) de the Dow Chemical Company y VISTAMAXX™ (metaloceno) de ExxonMobil.
- 40 "Mezcla de poliolefinas termoplásticas a base de polipropileno" (TPO) es polipropileno, copolímero de polipropileno-etileno, homopolipropileno de metaloceno y copolímero de polipropileno-etileno de metaloceno, que tienen caucho de copolímero de etileno-propileno en cantidades lo suficientemente grandes como para dar a la mezcla de poliolefinas termoplásticas (TPO) propiedades plastoméricas, elastoplastoméricas o elastoméricas. Los ejemplos no limitantes de polímeros de mezcla de poliolefinas a base de polipropileno son aquellas mezclas de polímeros comercialmente disponibles bajo los nombres comerciales EXCELINK™ de JSR Corporation, THERMORUN™ y ZELAS™ de Mitsubishi Chemical Corporation, FERROFLEX™ y RxLOY™ de Ferro Corporation, y TELCAR™ de Teknor Apex Company.
- 45 "Mezcla de elastómero termoplástico a base de polipropileno" (TPE) es polipropileno, copolímero de polipropileno-etileno, homopolipropileno de metaloceno y copolímero de polipropileno-etileno de metaloceno, que tienen modificadores de caucho termoplástico dibloque o multibloque (SEBS, SEPS, SEEPS, SEP, SERC, CEBC, HSB y similares) en cantidades suficientemente grandes para dar a la mezcla de elastómeros termoplásticos (TPE) propiedades plastoméricas, elastoplastoméricas o elastoméricas. Los ejemplos no limitantes de polímeros de mezcla de elastómero termoplástico a base de polipropileno son aquellas mezclas de polímeros comercialmente disponibles bajo el nombre comercial DYNAFLEX® y VERSAFLEX® de GLS Corporation, MONPRENE® y TEKRON® de Teknor Apex Company y DURAGRIP® de Advanced Polymers Alloys (una división de Ferro Corporation).
- 50 Todos los polipropilenos anteriores se pueden injertar con anhídrido maleico. Ejemplos no limitantes son ADMER® QF500A y ADMER® QF551A de Mitsui Chemicals. Cabe señalar que la mayoría de los polipropilenos injertados con anhídrido comerciales también contienen caucho.
- 55

El término "polietileno" incluye, pero no se limita a, LDPE, LLDPE, VLDPE, VLLDPE, HDPE, copolímero de polietileno y propileno, polietileno de metaloceno, copolímero de etileno y propileno de metaloceno y copolímero de bloque de olefina de polietileno de metaloceno (con una secuencia de bloques controlada).

5 El "polietileno de metaloceno" es polietileno basado en metaloceno con propiedades que van desde no elásticas hasta elastoméricas. Los ejemplos no limitantes de polietileno de metaloceno están disponibles comercialmente bajo el nombre comercial ENGAGE™ de Dow Chemical Company, ENABLE™ y EXCEED™ de ExxonMobil y EXACT™ de Borealis.

10 "VLDPE" y "VLLDPE" son polietileno de muy baja densidad y polietileno de baja densidad de densidad muy lineal que contienen un componente elástico o suavizante, típicamente  $\alpha$ -olefinas. Los ejemplos no limitantes de VLDPE y VLLDPE están disponibles comercialmente bajo el nombre comercial FLEXOMER™ de the Dow Chemical Company y grados particulares de STAMYLEX™ de Borealis.

El "copolímero de bloque de olefina de polietileno de metaloceno" es un polietileno con "bloques" duros cristalizables y "bloques" blandos amorfos alternos que no están distribuidos al azar, es decir, con una secuencia de bloques controlada. Un ejemplo de "copolímero de bloque de olefina de polietileno de metaloceno" incluye, pero no se limita a, la línea de productos INFUSE™ de the Dow Chemical Company.

15 Todos los polietilenos anteriores pueden injertarse con anhídrido maleico. Los ejemplos comercialmente disponibles no limitantes son ADMER® NF539A de Mitsui Chemicals, BYNEL® 4104 de DuPont y OREVAC® 18360 de Arkema. Cabe señalar que la mayoría de los polietilenos injertados con anhídrido comerciales también contienen caucho.

20 Estos polietilenos también pueden ser copolímeros y terpolímeros que contienen grupos acetato y/o éster. Los grupos comonomeros incluyen, pero no se limitan a, acetato de vinilo, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, metacrilato de glicidilo y ácido acrílico. Los ejemplos no limitantes están disponibles comercialmente bajo el nombre comercial BYNEL®, ELVAX® y ELVALOY® de DuPont; EVATANE®, LOTADER®, y LOTRYL® de Arkema; ESCORENE™, ESCOR™ y OPTEMA™ de ExxonMobil.

25 Estos polietilenos también pueden ser ionómeros de copolímeros y terpolímeros que contienen grupos acetato y/o éster. Un grupo de comonomero común es, pero no se limita a, ácido metacrílico. Los ejemplos no limitantes están disponibles comercialmente bajo el nombre comercial SURLYN® de DuPont; IOTEK™ de ExxonMobil y AMPLIFY™ IO de Dow Chemical Company.

30 El componente polimérico de la poliolefina reciclada también puede contener EVOH y/o PVOH ("PVA"). "EVOH" es un copolímero de etileno y alcohol vinílico. Los ejemplos no limitantes están comercialmente disponibles bajo el nombre comercial EVAL™ y EXCEVAL™ de Kuraray y SOARNOL™ de Nippon Gohsei. "PVOH" es un alcohol polivinílico. Los ejemplos no limitantes están disponibles comercialmente bajo el nombre comercial ELVANOL® de DuPont y POVAL®, MOWIOL® y MOWIFLEX® de Kuraray.

35 El material de espuma de poliolefina reciclada utilizado para formar la(s) capa(s) reciclada(s) incluye, pero no se limita a, restos de fábrica pulverizados criogénicamente, espuma reticulada que incluye espumas de polipropileno, espumas de polietileno o espumas mezcladas de polipropileno/polietileno. Cuando la composición de espuma alimentada a la extrusora para formar la(s) capa(s) reciclada(s) incluye material de espuma de poliolefina reciclada, las composiciones de espuma pueden incluir de aproximadamente 5 a aproximadamente 50% en peso de material de espuma de poliolefina reciclada, preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 45% en peso, y más preferiblemente de aproximadamente 15 a aproximadamente 40% en peso. Además, estas composiciones de espuma de material de espuma de poliolefina reciclada pueden incluir de aproximadamente 50 a aproximadamente 95% en peso, preferiblemente de aproximadamente 55 a aproximadamente 90% en peso, y más preferiblemente de aproximadamente 60 a aproximadamente 85% en peso de polipropileno, polietileno o combinaciones de los mismos.

45 La pulverización criogénica (también conocida como molienda criogénica) es un método que se puede emplear para reducir de manera eficaz y eficiente los materiales sensibles al calor, oxidables y/o "difíciles de moler" en un polvo fino. Una espuma de poliolefina reticulada es un ejemplo de uno de esos materiales que no es muy adecuado para los sistemas de molienda a temperatura ambiente. En el proceso de pulverización criogénica, se puede usar un líquido criogénico como nitrógeno o dióxido de carbono para enfriar el material antes y/o durante la molienda para ayudar a prevenir su fusión y/o lograr la fragilización. Las espumas reticuladas de restos de fábrica criogénicamente pulverizadas (incluyendo espumas de polipropileno, espumas de polietileno y espumas mezcladas de polipropileno/polietileno) están disponibles comercialmente a partir de pulverizadores criogénicos comerciales en  
50 varios tamaños y distribuciones de partículas.

Los molinos suelen contener un tamiz cerca del conducto de descarga para garantizar que el material que se pulveriza se pueda reducir al menos al tamaño de partícula máximo deseado. El tamiz de molienda puede ser al menos una malla estándar de EE. UU. 3,5, preferiblemente al menos una malla estándar de EE. UU. 6, y más preferiblemente al menos una malla estándar de EE. UU. 30. Se puede preferir que los pedazos de material de espuma reciclada se  
55 reduzcan en tamaño para pasar a través de al menos una malla estándar de EE. UU. 3,5 (abertura de 5,6 mm), preferiblemente al menos una malla estándar de EE. UU. 6 (abertura de 3,35 mm), y más preferiblemente al menos una malla estándar de EE. UU. 30 (abertura de 0,600 mm).

Un ejemplo no limitante de espuma mixta de polipropileno, polietileno y polipropileno/polietileno reticulada de restos de fábrica reciclados finamente pulverizados es el producido por Midwest Elastomers, Inc. (Wapakoneta, OH). Dicha espuma reciclada de Midwest Elastomers se puede pulverizar con un tamiz de malla estándar de EE. UU. 30 instalado cerca del conducto de descarga.

- 5 El material de espuma de poliolefina reciclada también puede incluir material de espuma que ya incluía material de poliolefina reciclada. Como tal, el material de espuma de poliolefina reciclada puede ser un material de poliolefina reciclado de nuevo. Por ejemplo, el material de espuma de poliolefina reciclada puede contener ya contenidos reciclados de material de poliolefina metalizado y/o espumas reticuladas de restos de fábrica pulverizados criogénicamente. Además, el material de espuma de poliolefina reciclada puede incluir espumas derivadas de material de poliolefina metalizada reciclada como se describe en la solicitud de EE.UU No. 14/144.986.

10 Las composiciones de espuma alimentadas a las extrusoras para formar las diversas capas de espuma pueden incluir al menos un polipropileno que tenga un índice de fluidez de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 25 gramos por 10 minutos a 230°C y/o al menos un polietileno que tenga un índice de fluidez de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 25 gramos por 10 minutos a 190°C. En algunas realizaciones, el índice de fluidez del (de los) polipropileno(s) y/o polietileno(s) puede ser preferiblemente de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 20 gramos por 10 minutos a 230°C y a 190°C, respectivamente, y más preferiblemente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 15 gramos por 10 minutos a 230°C y a 190°C, respectivamente.

15 El valor del "índice de fluidez" (MFI) para un polímero se puede definir y medir según la norma ASTM D1238 a 230°C para polipropilenos y materiales a base de polipropileno y a 190°C para polietilenos y materiales a base de polietileno utilizando un émbolo de 2,16 kg durante 10 minutos. El tiempo de prueba puede reducirse para resinas de fluidez relativamente alta.

20 El MFI proporciona una medida de las características de flujo de un polímero y es una indicación del peso molecular y la procesabilidad de un material polimérico. Si los valores de MFI son demasiado altos, lo que corresponde a una baja viscosidad, la extrusión según la presente descripción puede no llevarse a cabo satisfactoriamente. Los problemas asociados con valores de MFI que son demasiado altos incluyen presiones bajas durante la extrusión, problemas para establecer el perfil de espesor, perfil de enfriamiento desigual debido a la baja viscosidad del fundido, mala resistencia del fundido, problemas de la máquina o una combinación de los mismos. Los problemas con valores de MFI que son demasiado bajos incluyen presiones altas durante el proceso de fusión, problemas de perfil y calidad de la lámina, y temperaturas de extrusión más altas que causan un riesgo de descomposición y activación del agente espumante.

25 Los rangos de MFI anteriores también son importantes para los procesos de formación de espuma porque reflejan la viscosidad del material y la viscosidad tiene un efecto sobre el espumado. Sin estar sujeto a ninguna teoría, se cree que hay varias razones por las cuales los valores particulares de MFI son más efectivos que otros. Un material de MFI más bajo puede mejorar algunas propiedades físicas ya que la longitud de la cadena molecular es mayor, creando más energía necesaria para que las cadenas fluyan cuando se aplica una tensión. Además, cuanto más larga es la cadena molecular (MW), más entidades cristalinas puede cristalizar la cadena, proporcionando así más fuerza a través de los lazos intermoleculares. Sin embargo, a un MFI demasiado bajo, la viscosidad se vuelve demasiado alta. Por otro lado, los polímeros con valores MFI más altos tienen cadenas más cortas. Por lo tanto, en un volumen dado de un material con valores de MFI más altos, hay más extremos de cadena a nivel microscópico en relación con los polímeros que tienen un MFI más bajo, que pueden rotar y crear un volumen libre debido al espacio necesario para dicha rotación (p. ej., rotación que ocurre por encima de la  $T_g$ , o temperatura de transición vítrea del polímero). Esto aumenta el volumen libre y permite un flujo fácil bajo fuerzas de tensión.

30 Este(os) polipropileno(s) y/o polietileno(s) con valores de MFI específicos que se pueden usar para formar cualquiera de las capas de la estructura multicapa de espuma incluyen los mismos tipos descritos anteriormente. Es decir, el polipropileno incluye, pero no se limita a, polipropileno, polipropileno modificado contra impactos, copolímero de polipropileno y etileno, copolímero de polipropileno y etileno modificado contra impactos, polipropileno de metaloceno, copolímero de polipropileno y etileno de metaloceno, copolímero de bloque de olefina de polipropileno de metaloceno (con una secuencia de bloque controlada), plastómero de poliolefina a base de polipropileno, elasto-plastómero de poliolefina a base de polipropileno, elastómero de poliolefina a base de polipropileno, mezcla de poliolefina termoplástica a base de polipropileno y mezcla elastomérica termoplástica a base de polipropileno. Además, los polipropilenos se pueden injertar con anhídrido maleico. Además, el polietileno incluye, pero no se limita a, LDPE, LLDPE, VLDPE, VLLDPE, HDPE, copolímero de polietileno y propileno, polietileno de metaloceno, copolímero de etileno y propileno de metaloceno y copolímero de bloque de olefina de polietileno de metaloceno (con una secuencia de bloques controlada), cualquiera de los cuales puede contener compatibilizadores injertados o copolímeros que contienen grupos acetato y/o éster. Como se discutió anteriormente, estos polietilenos se pueden injertar con anhídrido maleico. Estos polietilenos también pueden ser copolímeros y terpolímeros que contienen grupos acetato y/o éster y pueden ser ionómeros copolímeros y terpolímeros que contienen grupos acetato y/o éster.

35 Cuando pedazos de metal relativamente grandes o gruesos (en relación con el tamaño de la celda de espuma) están presentes en la capa reciclada de la estructura de espuma multicapa, pueden producirse "vacíos" y "celdas grandes" indeseables. Por lo tanto, puede ser necesario incluir polipropileno y/o polietileno con compatibilizadores injertados o copolímeros que contengan grupos acetato y/o éster como ingredientes para evitar la formación de estos "vacíos" y

"celdas grandes" indeseables.

Además, las composiciones de espuma alimentadas a la extrusora también pueden contener aditivos adicionales compatibles con la producción de las estructuras de espuma multicapa descritas. Los aditivos comunes incluyen, pero no se limitan a, peróxidos orgánicos, antioxidantes, auxiliares de procesamiento de extrusión, otros lubricantes, estabilizadores térmicos, colorantes, retardadores de llama, agentes antiestáticos, agentes nucleantes, plastificantes, antimicrobianos, antifúngicos, estabilizadores de luz, absorbentes de UV, agentes de anti-bloqueo, rellenos, desodorantes, espesantes, estabilizadores del tamaño de las celdas, desactivadores de metales y combinaciones de los mismos.

Independientemente de cómo se alimenten todos los ingredientes a las extrusoras, la fuerza de corte y la mezcla dentro de una extrusora que procesa material de poliolefina reciclada deben ser suficientes para producir una capa homogénea (en la medida en que el material de poliolefina reciclada que se alimenta a la extrusora sea homogéneo). Una extrusora de doble husillo co-rotatorio puede proporcionar suficiente fuerza de corte y mezcla a través del cilindro de la extrusora para extruir una capa con propiedades uniformes.

La energía específica es un indicador de cuánto trabajo se aplica durante la extrusión de los ingredientes y cómo de intensivo es el proceso de extrusión. La energía específica se puede definir como la energía aplicada a un material que está siendo procesado por la extrusora, normalizada por base de kilogramo. La energía específica se puede cuantificar en unidades de kilovatios de energía aplicada por material total alimentado en kilogramos por hora. La energía específica se puede calcular según la fórmula:

$$\text{Energía específica} = \frac{\text{KW (aplicado)}}{\text{velocidad de alimentación} \left( \frac{\text{kg}}{\text{h}} \right)} \quad \text{donde}$$

$$\text{KW (aplicado)} = \frac{\text{KW (potencia del motor)} \cdot (\% \text{ de torque desde el máximo permisible)} \cdot \text{RPM} \cdot (\text{RPM de funcionamiento real})}{\text{RPM máx. (capacidad de la extrusora)} \cdot 0,97 \cdot (\text{eficiencia de la caja de cambios})}$$

La energía específica se puede utilizar para cuantificar la cantidad de corte y mezcla de los ingredientes dentro de una extrusora. Las extrusoras utilizadas para la presente invención pueden ser capaces de producir una energía específica de al menos 0,090 kW·h/kg, preferiblemente al menos 0,105 kW·h/kg, y más preferiblemente al menos 0,120 kW·h/kg.

La temperatura de extrusión para cada capa de las estructuras multicapa puede estar al menos 10°C por debajo de la temperatura de iniciación de la descomposición térmica del agente espumante químico (es decir, "de soplado"). Si la temperatura de extrusión excede la temperatura de descomposición térmica del agente espumante, entonces el agente espumante se descompondrá, dando como resultado un "pre-espumado" indeseable.

Las composiciones de espuma pueden incluir una variedad de agentes químicos espumantes diferentes. Los ejemplos de agentes espumantes químicos incluyen, pero no se limitan a, azocompuestos, compuestos de hidracina, carbazidas, tetrazoles, compuestos nitrosos y carbonatos. Además, se puede emplear un agente espumante químico solo o en cualquier combinación. Generalmente, la cantidad del agente espumante químico puede ser aproximadamente la misma en las diversas capas. Por ejemplo, si una capa tiene significativamente más PPHR de un agente espumante químico que otra capa (suponiendo que sea el mismo agente espumante químico), entonces la capa que genera menos espuma podría obstaculizar la expansión de la capa que genera más espuma. Por lo tanto, pueden ocurrir problemas con la estructura multicapa al rizarse, pandearse y/o plegarse sobre sí misma cuando la estructura multicapa se calienta y se espuma.

Un agente espumante químico que se puede usar en algunas realizaciones es la azodicarbonamida ("ADCA"). La cantidad de ADCA en una composición de capa de espuma puede ser inferior o igual a aproximadamente el 40% de PPHR. La descomposición térmica de ADCA ocurre típicamente a temperaturas entre aproximadamente 190 y 230°C. Para evitar que el ADCA se descomponga térmicamente en la extrusora, la temperatura de extrusión se puede mantener a 190°C o menos. Otro agente espumante químico que se puede usar en algunas realizaciones es p-toluensulfonilhidrazida ("TSH"). La cantidad de TSH en una composición de capa de espuma puede ser inferior o igual al 77% de PPHR. Otro agente espumante químico que se puede usar en algunas realizaciones es p-toluensulfonil semicarbazida ("TSS"). La cantidad de TSS en una composición de capa de espuma puede ser inferior o igual al 63% de PPHR. La cantidad de agente espumante químico puede depender del espesor de la lámina sin espumar, el espesor deseado de la espuma, la densidad deseada de la espuma, los materiales que se extruyen, el porcentaje de reticulación, el tipo de agente espumante químico (diferentes agentes espumantes pueden generar significativamente diferentes cantidades de gas), entre otros. Sin embargo, la cantidad de agente espumante en cada capa debe elegirse para que el espumado de cada capa sea relativamente igual.

Si la diferencia entre la temperatura de descomposición del agente espumante descomponible térmicamente y el punto de fusión del polímero con el punto de fusión más alto es alta, entonces se puede usar un catalizador para la descomposición del agente espumante. Los ejemplos de catalizadores incluyen, pero no se limitan a, óxido de zinc, óxido de magnesio, estearato de calcio, glicerina y urea.

El límite inferior de temperatura para la extrusión puede ser el del polímero con el punto de fusión más alto. Si la temperatura de extrusión cae por debajo de la temperatura de fusión del polímero con el punto de fusión más alto, entonces pueden aparecer "partes sin fundir" indeseables en la estructura. Tras la formación de espuma, la capa extruida que se extruyó por debajo de este límite de temperatura inferior puede exhibir un espesor irregular, una estructura de celdas no uniforme, bolsas de colapso de celdas y otros atributos indeseables.

La extrusión de una lámina multicapa sin espumar (como se describe en la presente solicitud) es diferente a la extrusión de una lámina multicapa espumada, comúnmente denominada "espumado por extrusión". El espumado por extrusión se puede realizar con un agente espumante físico, un agente espumante químico o una combinación de los mismos. Ejemplos de agentes espumantes físicos son gases inorgánicos y orgánicos (p. ej., nitrógeno, dióxido de carbono, pentano, butano, etc.) que se pueden inyectar a alta presión directamente en el polímero fundido. Estos gases pueden nuclearse y expandirse a medida que la poliolefina fundida sale de la matriz de extrusión para crear el polímero espumado. Los ejemplos de agentes espumantes químicos (p. ej., los descritos anteriormente en la descripción) son sólidos que pueden descomponerse exotérmica o endotérmicamente a una temperatura de descomposición para producir gases. Los gases típicos generados por los agentes espumantes químicos incluyen nitrógeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono y amoníaco, entre otros. Para espumar por extrusión utilizando un agente espumante químico, el agente espumante químico se puede dispersar en la masa fundida de poliolefina y la masa fundida se puede calentar por encima de la temperatura de descomposición del agente espumante químico mientras aún está en la extrusora y la matriz. Como tal, el polímero espumado se puede fabricar a medida que la masa fundida de poliolefina sale de la matriz de extrusión.

Independientemente de si el agente espumante es un agente espumante físico, un agente espumante químico o una combinación de los mismos, el espumado por extrusión típico genera estructuras de espuma de poliolefina con superficies que son significativamente más rugosas que las estructuras de espuma equivalentes producidas por el método descrito de coextruir primero una lámina multicapa sin espumar, en la que el espumado se produce después de la extrusión. Las superficies más ásperas de las estructuras espumadas por extrusión generalmente están causadas por celdas de mayor tamaño en comparación con las espumas producidas por los métodos descritos de coextruir en primer lugar una lámina multicapa sin espumar. Aunque el tamaño de la celda y la distribución del tamaño de una estructura de espuma pueden no ser críticos en algunas aplicaciones comerciales, dado que la rugosidad de la superficie es una función del tamaño de la celda, las espumas con celdas más grandes pueden ser menos deseables que las estructuras de espuma con celdas más pequeñas para aplicaciones que requieren una superficie de espuma suave.

Como se indicó anteriormente, el perfil de la superficie para las estructuras de espuma es crítico en muchas aplicaciones y, por lo tanto, las estructuras espumadas por extrusión pueden no ser deseables para estas aplicaciones. En cambio, estas aplicaciones requieren una superficie de estructura espumada suave para obtener las propiedades deseadas, como la facilidad de laminación en una película, tejido, capa de fibra y/o cuero; porcentaje de contacto en la laminación; y estética visual entre otros. Una comparación entre la rugosidad de la superficie de una lámina espumada por extrusión y una lámina espumada sin extrusión producida por los métodos descritos en el presente documento se puede encontrar en la sección de ejemplos a continuación. La rugosidad superficial media para las espumas producidas por los métodos descritos en el presente documento puede ser inferior a aproximadamente 80  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 70  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 50  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 40  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 30  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 25  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 20  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 15  $\mu\text{m}$  e inferior a aproximadamente 10  $\mu\text{m}$ . La altura máxima (altura entre el pico más alto y el valle más profundo) de la superficie de las espumas producidas por los métodos descritos en el presente documento puede ser inferior a aproximadamente 700  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 600  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 300  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 250  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 200  $\mu\text{m}$ , inferior a aproximadamente 150  $\mu\text{m}$  e inferior a 100  $\mu\text{m}$ .

El espesor de una estructura multicapa coextruida sin espumar puede ser de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 30 mm, preferiblemente de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 25 mm, más preferiblemente de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 20 mm, e incluso más preferiblemente de aproximadamente 0,4 a aproximadamente 15 mm. Además, el espesor de cualquier capa individual, incluida(s) la(s) capa(s) reciclada(s) y la(s) capa(s) no reciclada(s) en la estructura multicapa coextruida sin espumar puede ser de al menos aproximadamente 0,05 mm, preferiblemente al menos aproximadamente 0,1 mm, más preferiblemente al menos aproximadamente 0,15 mm, e incluso más preferiblemente al menos aproximadamente 0,2 mm.

En realizaciones no reivindicadas, donde una(s) capa(s) de la estructura multicapa no están destinadas a espumarse (p. ej., en las que una capa es una capa de "piel" o "película"), la(s) capa(s) no espumantes pueden ser delgadas y fácilmente plegables cuando se funde para no obstaculizar significativamente la expansión de la(s) capa(s) de espuma durante el proceso de espumado. Las propiedades físicas de la(s) capa(s) no espumante(s) que pueden dificultar la expansión de la(s) capa(s) de espuma incluyen, pero no se limitan a, el espesor, la flexibilidad, la resistencia a la fusión y el porcentaje de reticulación de la capa no espumante. De manera similar, el espesor, la flexibilidad, la resistencia al fundido y el porcentaje de reticulación de la(s) capa(s) de espuma, así como el espesor y la densidad finales de la(s) capa(s) de espuma también pueden afectar a si la(s) capa(s) no espumante(s) inhibe(n) la expansión de la(s) capa(s) de espuma.

En general, el espesor de la(s) capa(s) no espumante(s) puede ser preferiblemente no más de aproximadamente el 20% del espesor total de la estructura no espumada coextruida. Cuando el espesor de la(s) capa(s) no espumante(s) es mayor que aproximadamente el 20% del espesor total de la estructura no espumada coextruida, pueden ocurrir

problemas con la estructura multicapa que se encrespa, pandea y/o pliega sobre sí misma a medida que la estructura multicapa se calienta y se espuma. Por el contrario, el espesor de la(s) capa(s) no espumante(s) no se limita a cuán delgada puede ser en relación con la estructura multicapa coextruida, sin espumar, global. Por ejemplo, la(s) capa(s) no espumante(s) puede(n) ser tan delgada(s) como aproximadamente 0,1  $\mu\text{m}$  (es decir, el espesor típico de una capa de unión delgada utilizada en películas protectoras y de embalaje flexible multicapa).

Después de que las extrusoras hayan producido la estructura multicapa coextruida, la estructura coextruida puede someterse a irradiación con radiación ionizante a una exposición dada para reticular la composición de la estructura coextruida, obteniendo así una estructura multicapa reticulada irradiada. La radiación ionizante a menudo puede ser incapaz de producir un grado suficiente de reticulación en polipropileno(s), materiales a base de polipropileno, alguno(s) polietileno(s) y algunos materiales a base de polietileno. Por lo tanto, normalmente se puede añadir un promotor de reticulación a las composiciones de espuma que se alimentan a las extrusoras para promover la reticulación. Los polímeros reticulados por radiación ionizante se denominan comúnmente como "reticulados físicamente".

La reticulación física difiere de la reticulación química. En la reticulación química, las reticulaciones pueden generarse con promotores de reticulado, pero sin el uso de radiación ionizante. La reticulación química normalmente puede incluir el uso de peróxidos, silanos o vinilsilanos. Durante los procesos de reticulación con peróxido, la reticulación normalmente se produce en la matriz de extrusión. Por el contrario, para los procesos de reticulación de silano y vinilsilano, la reticulación normalmente se produce después de la extrusión durante una operación secundaria donde la reticulación del material extruido se puede acelerar con calor y humedad.

Independientemente del proceso de reticulación química, las estructuras de espuma químicamente reticuladas normalmente exhiben superficies que son significativamente más rugosas que las estructuras de espuma equivalentes producidas por el método descrito de reticulación física. Las superficies más ásperas de las estructuras de espuma reticulada químicamente generalmente están causadas por celdas de mayor tamaño en comparación con las espumas producidas por los métodos descritos que usan reticulación física. Aunque el tamaño de la celda y la distribución del tamaño de una estructura de espuma pueden no ser críticos en algunas aplicaciones comerciales, dado que la rugosidad de la superficie es una función del tamaño de la celda, las espumas con celdas más grandes pueden ser menos deseables que las estructuras de espuma con celdas más pequeñas para aplicaciones que requieren una superficie de espuma suave.

Como se indicó anteriormente, el perfil de la superficie de las estructuras de espuma es crítico en muchas aplicaciones y, por lo tanto, las estructuras reticuladas químicamente no son deseables para estas aplicaciones. En cambio, estas aplicaciones requieren una superficie de estructura de espuma suave para obtener las propiedades deseadas, como la facilidad de laminación en una película, tejido, capa de fibra y/o cuero; porcentaje de contacto en la laminación; y estética visual entre otros. Una comparación entre la rugosidad de la superficie de una lámina reticulada químicamente y una lámina reticulada físicamente producida por los métodos descritos en el presente documento se puede encontrar en la sección de ejemplos posterior.

Los ejemplos de radiación ionizante incluyen, pero no se limitan a, rayos alfa, rayos beta, rayos gamma y haces de electrones. Entre ellos, se puede usar preferiblemente un haz de electrones que tiene energía uniforme para preparar las estructuras multicapa reticuladas. El tiempo de exposición, la frecuencia de la irradiación y el voltaje de aceleración tras la irradiación con un haz de electrones pueden variar ampliamente dependiendo del grado de reticulación pretendido y del espesor de la estructura multicapa coextruida. Sin embargo, la radiación ionizante debe estar generalmente en el rango de aproximadamente 10 a aproximadamente 500 kGy, preferiblemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 300 kGy, y más preferiblemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 200 kGy. Si la exposición es demasiado baja, entonces es posible que no se mantenga la estabilidad celular tras el espumado. Si la exposición es demasiado alta, la moldeabilidad de la estructura de espuma multicapa resultante puede ser mala. (La moldeabilidad puede ser una propiedad deseable cuando la estructura de espuma multicapa se usa en aplicaciones de termoformado). Además, la estructura multicapa sin espuma puede ablandarse por la liberación de calor exotérmico al exponerse a la radiación del haz de electrones, de modo que la estructura puede deformarse cuando la exposición es demasiado alta. Además, los componentes poliméricos también pueden degradarse debido a una escisión excesiva de la cadena polimérica.

La estructura multicapa no espumada, coextruida, puede irradiarse hasta 4 veces por separado, preferentemente no más de dos veces, y más preferiblemente sólo una vez. Si la frecuencia de irradiación es más de aproximadamente 4 veces, los componentes poliméricos pueden sufrir degradación de modo que tras el espumado, por ejemplo, no se crearán células uniformes en las capas de espuma resultantes.

Cuando el espesor de la estructura multicapa coextruida es superior a aproximadamente 4 mm, puede preferirse irradiar cada superficie principal del perfil multicapa con una radiación ionizada para hacer más uniforme el grado de reticulación de la(s) superficie(s) primaria(s) y la(s) capa(s) interna(s).

La irradiación con un haz de electrones proporciona la ventaja de que las estructuras coextruidas que tienen diversos espesores se pueden reticular de forma efectiva controlando el voltaje de aceleración de los electrones. El voltaje de aceleración puede estar generalmente en el rango de aproximadamente 200 a aproximadamente 1500 kV, preferiblemente de aproximadamente 400 a aproximadamente 1200 kV, y más preferiblemente de aproximadamente

600 a aproximadamente 1000 kV. Si el voltaje de aceleración es inferior a aproximadamente 200 kV, entonces es posible que la radiación no llegue a la parte interior de la estructura coextruida. Como resultado, las celdas en la parte interna pueden ser gruesas y desiguales al formar espuma. Además, el voltaje de aceleración que es demasiado bajo para un perfil de espesor dado puede causar la formación de arcos, lo que da como resultado "agujeros" o "túneles" en la estructura multicapa de espuma. Por otro lado, si el voltaje de aceleración es superior a aproximadamente 1500 kV, entonces los polímeros pueden degradarse.

Independientemente del tipo de radiación ionizante seleccionada, la reticulación se puede realizar de modo que la composición de la estructura coextruida puede reticularse de aproximadamente 20 a aproximadamente 75%, preferiblemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 60%, según se mide mediante el "Método de porcentaje de fracción de gel de Toray". "

Según el "Método de porcentaje de fracción de gel de Toray", se usa disolvente de tetralina para disolver componentes no reticulados en una composición. En principio, el material no reticulado se disuelve en tetralina y el grado de reticulación se expresa como porcentaje en peso de material reticulado en la composición total.

El aparato utilizado para determinar el porcentaje de reticulación del polímero incluye: malla 100 (diámetro de alambre de 0,011 cm (0,0045 pulgadas)); bolsas de acero inoxidable tipo 304; alambres y clips numerados; un aparato de baño de aceite termostático Miyamoto; una balanza analítica; una campana de humos; un quemador de gas; un horno de alta temperatura; una pistola antiestática; y tres contenedores de acero inoxidable de boca ancha de 3,5 litros con tapas. Los reactivos y materiales utilizados incluyen tetralina disolvente de alto peso molecular, acetona y aceite de silicona. Específicamente, se pesa una bolsa de malla de alambre vacía y se registra el peso. Para cada muestra, se pesan aproximadamente 100 miligramos  $\pm$  aproximadamente 5 miligramos de muestra y se transfieren a la bolsa de malla de alambre. Se registra el peso de la bolsa de malla de alambre y la muestra, normalmente en forma de recortes de espuma. Cada bolsa está unida al alambre y clips del correspondiente número. Cuando la temperatura del disolvente alcanza los 130°C, el paquete (bolsa y muestra) se sumerge en el disolvente. Las muestras se agitan hacia arriba y hacia abajo aproximadamente 5 o 6 veces para soltar las burbujas de aire y humedecer completamente las muestras. Las muestras se conectan a un agitador y se agitan durante tres (3) horas para que el solvente pueda disolver la espuma. A continuación, las muestras se enfrían en una campana de humos. Las muestras se lavan sacudiéndolas hacia arriba y hacia abajo aproximadamente 7 u 8 veces en un recipiente con acetona primaria. Las muestras se lavan una segunda vez en un segundo lavado con acetona. Las muestras lavadas se lavan una vez más en un tercer recipiente de acetona nueva como se indicó anteriormente. A continuación, las muestras se cuegan en una campana de humos para evaporar la acetona durante aproximadamente 1 a aproximadamente 5 minutos. A continuación, las muestras se secan en un horno de secado durante aproximadamente 1 hora a 120°C. Las muestras se enfrían durante un mínimo de aproximadamente 15 minutos. La bolsa de malla de alambre se pesa en una balanza analítica y se registra el peso.

Entonces se puede calcular la reticulación usando la fórmula  $100 \cdot (C-A)/(B-A)$ , donde A = peso de la bolsa de malla de alambre vacía; B = peso de la bolsa de alambre + muestra de espuma antes de la inmersión en tetralina; y C = peso de la bolsa de alambre + muestra disuelta después de la inmersión en tetralina.

Los agentes de reticulación adecuados incluyen, pero no se limitan a, monómeros difuncionales, trifuncionales, tetrafuncionales, pentafuncionales y de mayor funcionalidad comercialmente disponibles. Dichos monómeros reticulantes están disponibles en forma de líquido, sólido, gránulos y polvo. Los ejemplos incluyen, pero no se limitan a, acrilatos o metacrilatos tales como diacrilato de 1,6-hexanodiol, dimetacrilato de 1,6-hexanodiol, diacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, trimetacrilato de trimetilolpropano, triacrilato de tetrametilolmetano, dimetacrilato de 1,9-nonanodiol y dimetacrilato de 1,10-decanodiol; ésteres alílicos de ácido carboxílico (tales como éster trialílico de ácido trimelítico, éster trialílico de ácido piromelítico y éster dialílico de ácido oxálico); ésteres alílicos de ácido cianúrico o ácido isocianúrico tales como cianurato de trialilo e isocianurato de trialilo; compuestos de maleimida tales como N-fenil maleimida y N,N'-m-fenileno bismaleimida; compuestos que tienen al menos dos trienlaces tales como dipropagilo del ácido ftálico y dipropagilo del ácido maleico; y divinilbenceno. Además, dichos agentes de reticulación se pueden usar solos o en cualquier combinación. La cantidad de agente de reticulación utilizada en la composición de una capa puede variar según el peso molecular, la funcionalidad y la eficiencia de reticulación del agente de reticulación y la dosis de radiación ionizante, entre otros. El divinilbenceno (DVB), un monómero de reticulación líquido difuncional, se puede usar como agente de reticulación en la presente invención y se puede agregar a una extrusora a un nivel no superior a aproximadamente 4% de PPHR, y preferiblemente de aproximadamente 2% a aproximadamente 3,5% de PPHR. Algunos polímeros se reticulan más fácilmente que otros. Por lo tanto, las capas que contienen polímeros más aptos para la reticulación pueden tener menos agente de reticulación que las capas con polímeros menos aptos para la reticulación. En algunas realizaciones, una capa se puede reticular más a propósito que otra capa, lo que puede requerir agregar más agente de reticulación en esa capa para facilitar más reticulación.

Las reticulaciones pueden generarse usando una variedad de técnicas diferentes y pueden formarse tanto intermolecularmente, entre diferentes moléculas de polímero, como intramolecularmente, entre partes de una sola molécula de polímero. Dichas técnicas incluyen, pero no se limitan a, proporcionar agentes de reticulación que estén separados de una cadena de polímero y proporcionar cadenas de polímero que incorporen un agente de reticulación que contenga un grupo funcional que pueda formar una reticulación o activarse para formar una reticulación.

Después de irradiar la estructura extruida, el espumado se puede lograr calentando la estructura multicapa reticulada a una temperatura superior a la temperatura de descomposición del agente espumante térmicamente descomponible. Para el agente espumante térmicamente descomponible azodicarbonamida, el espumado se puede realizar a una temperatura de aproximadamente 200 a aproximadamente 260°C, preferiblemente de aproximadamente 220 a aproximadamente 240°C, en un proceso continuo. Se puede preferir un proceso de espumado continuo a un proceso por lotes para la producción de una lámina de espuma continua.

El espumado se puede realizar normalmente calentando la estructura multicapa reticulada con sal fundida, calentadores radiantes, horno de aire caliente vertical, horno de aire caliente horizontal, energía de microondas o una combinación de estos métodos. El espumado también se puede realizar en un proceso de impregnación utilizando, por ejemplo, nitrógeno en un autoclave, seguido de un espumado libre mediante sales fundidas, calentadores radiantes, horno de aire caliente vertical, horno de aire caliente horizontal, energía de microondas o una combinación de estos métodos. Puede usarse una combinación preferida de sales fundidas y calentadores radiantes para calentar la estructura multicapa reticulada. Específicamente, el lado de la estructura extruida irradiada que no está en contacto con la sal fundida puede calentarse mediante calentadores radiantes.

Opcionalmente, antes del espumado, la estructura reticulada se puede ablandar con precalentamiento. Esto puede ayudar a estabilizar la expansión de la estructura tras el espumado.

La densidad de la estructura de espuma multicapa se puede definir y medir utilizando la densidad de sección o "total", en lugar de una densidad "central", como se mide por JIS K6767. La estructura de espuma multicapa producida utilizando el método descrito anteriormente puede producir espumas con una densidad de sección o "total" de aproximadamente 20 a aproximadamente 250 kg/m<sup>3</sup>, preferiblemente de aproximadamente 30 kg/m<sup>3</sup> a aproximadamente 125 kg/m<sup>3</sup>. La densidad de la sección se puede controlar mediante la cantidad de agente espumante y el espesor de la estructura coextruida. Si la densidad de la estructura es inferior a aproximadamente 20 kg/m<sup>3</sup>, entonces es posible que la estructura no forme espuma de manera eficiente debido a la gran cantidad de agente espumante químico necesario para alcanzar la densidad. Además, si la densidad de la estructura es inferior a aproximadamente 20 kg/m<sup>3</sup>, entonces la expansión de la estructura durante la etapa de espumado puede volverse cada vez más difícil de controlar. Además, si la densidad de la estructura de espuma multicapa es inferior a 20 kg/m<sup>3</sup>, entonces la estructura de espuma puede volverse cada vez más propensa al colapso de las celdas. Por lo tanto, puede ser difícil producir una estructura de espuma multicapa de densidad de sección y espesor uniformes (con o sin material reciclado) a una densidad inferior a aproximadamente 20 kg/m<sup>3</sup>.

La estructura de espuma multicapa no se limita a una densidad de sección de aproximadamente 250 kg/m<sup>3</sup>. Una espuma de aproximadamente al menos 350 kg/m<sup>3</sup>, aproximadamente al menos 450 kg/m<sup>3</sup>, o aproximadamente al menos 550 kg/m<sup>3</sup> también se puede producir. Sin embargo, se puede preferir que la estructura de espuma multicapa tenga una densidad de menos de aproximadamente 250 kg/m<sup>3</sup> ya que las densidades mayores generalmente pueden tener un costo prohibitivo en comparación con otros materiales que pueden usarse en una aplicación determinada.

Las diversas capas espumadas (con o sin material poliolefínico reciclado) en las estructuras de espuma multicapa pueden tener densidades similares. Estas densidades pueden determinarse y ajustarse por la cantidad de agente(s) espumante(s) químico(s), tipo(s) de agente espumante químico, espesor de cada capa(s) coextruida(s) sin espumar, y/o el espesor total de la estructura multicapa coextruida sin espumar. Cuando las capas espumadas individuales tienen densidades significativamente diferentes entre ellas, pueden ocurrir problemas con la estructura de espuma multicapa que se riza, se deforma y se pliega sobre sí misma cuando la estructura multicapa se calienta y se espuma. Las densidades de las capas espumadas pueden tener densidades dentro de aproximadamente el 15% entre ellas, preferiblemente dentro de aproximadamente el 10% entre ellas, y más preferiblemente dentro de aproximadamente el 5% entre ellas.

Las estructuras de espuma multicapa producidas usando el método anterior pueden tener celdas cerradas. Preferiblemente, al menos el 90% de las celdas tienen paredes celulares intactas, preferiblemente al menos el 95% y más preferiblemente más del 98%. El tamaño de celda promedio puede ser de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 1,0 mm, y preferiblemente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,7 mm. Si el tamaño medio de las celdas es inferior a aproximadamente 0,05 mm, entonces la densidad de la estructura de espuma multicapa normalmente puede ser superior a 250 kg/m<sup>3</sup>. Si el tamaño medio de las celdas es superior a 1 mm, la espuma puede tener una superficie irregular. También existe la posibilidad de que la estructura de la espuma se rasgue indeseablemente si la población de celdas de la espuma no tiene el tamaño de celda medio preferido. Esto puede ocurrir cuando la estructura de espuma se estira o partes de ella se someten a un proceso secundario. El tamaño de las celdas en la estructura de espuma multicapa puede tener una distribución bimodal que representa una población de celdas en el núcleo de la estructura de espuma que son relativamente redondas y una población de celdas en la piel cerca de las superficies de la estructura de espuma que son relativamente planas, delgadas, y/u oblongas.

El espesor de la estructura de espuma multicapa puede ser de aproximadamente 0,2 mm a aproximadamente 50 mm, preferiblemente de aproximadamente 0,4 mm a aproximadamente 40 mm, más preferiblemente de aproximadamente 0,6 mm a aproximadamente 30 mm, e incluso más preferiblemente de aproximadamente 0,8 mm a aproximadamente 20 mm. Si el espesor es inferior a aproximadamente 0,2 mm, es posible que el espumado no sea eficaz debido a la pérdida significativa de gas de las superficies primarias. Si el espesor es superior a aproximadamente 50 mm, la

expansión durante la etapa de espumado puede volverse cada vez más difícil de controlar. Por lo tanto, puede ser cada vez más difícil producir una estructura de espuma multicapa (con o sin material de poliolefina reciclada) con densidad de sección y espesor uniformes.

5 El espesor deseado también se puede obtener mediante un proceso secundario, como rebanar, pelar o unir. Rebanar, pelar o unir puede producir un rango de espesor de aproximadamente 0,1 mm a aproximadamente 100 mm.

10 En realizaciones, no reivindicadas, donde una(s) capa(s) de la estructura multicapa no está(n) destinada(s) a espumarse, el espesor de la(s) capa(s) no espumante(s) puede reducirse al espumar la estructura multicapa. Esto puede deberse a que la(s) capa(s) espumante(s) se expande(n) y, en consecuencia, estira(n) la(s) capa(s) no espumante(s). Así, por ejemplo, si la estructura multicapa se expande al doble de su área original, se puede esperar que el espesor de la(s) capa(s) no espumante(s) se reduzca aproximadamente a la mitad. Además, si la estructura multicapa se expande hasta cuatro veces su área original, se puede esperar que la(s) capa(s) no espumante(s) se reduzca(n) a aproximadamente un cuarto de su espesor original.

15 Las estructuras de espuma multicapa descritas se pueden usar en una variedad de aplicaciones. Una de esas aplicaciones son las cintas de espuma y las juntas. La cinta de espuma de celda cerrada se usa comúnmente en áreas como el acristalamiento de ventanas, donde se colocan tiras de cinta de espuma entre dos paneles de ventana para sellar el aire entre el vidrio. Esto mejora la propiedad de aislamiento térmico de la ventana. La espuma también actúa como amortiguador para los paneles de vidrio de los efectos de la expansión y contracción térmica del edificio y el marco de la ventana debido a los cambios de temperatura diarios y estacionales. Asimismo, las juntas de espuma de celda cerrada se usan comúnmente para sellar y amortiguar. Los dispositivos electrónicos portátiles y los electrodomésticos son dos ejemplos que pueden contener juntas de espuma. Una estructura de espuma blanda y flexible suele ser adecuada como cinta o junta.

20 Cuando la estructura de espuma multicapa se va a utilizar como cinta o junta, se puede disponer una capa de adhesivo sensible a la presión sobre al menos una parte de una o ambas superficies principales. Puede usarse cualquier adhesivo sensible a la presión conocido en la técnica. Los ejemplos de dichos adhesivos sensibles a la presión incluyen, pero no se limitan a, polímeros acrílicos, poliuretanos, elastómeros termoplásticos, copolímeros en bloque, poliolefinas, siliconas, adhesivos a base de caucho, copolímeros de etilhexilacrilato y ácido acrílico, copolímeros de isooctilacrilato y ácido acrílico, mezclas de adhesivos acrílicos y adhesivos a base de caucho, así como combinaciones de los anteriores.

25 Las estructuras de espuma multicapa también se pueden termoformar. Para termoformar la estructura de espuma multicapa, la espuma se puede calentar hasta el punto de fusión de la mezcla de poliolefinas para todas las capas de la estructura de espuma multicapa. Si alguna capa tiene polímeros inmiscibles, la estructura de espuma multicapa puede exhibir más de un punto de fusión. En este caso, la estructura de espuma multicapa se puede termoformar típicamente cuando la espuma se calienta a una temperatura intermedia entre el punto de fusión más bajo y el punto de fusión más alto de la composición de espuma multicapa. Además, la estructura de espuma multicapa se puede termoformar sobre un sustrato como polipropileno duro, ABS o compuesto de fibra de madera. Preferiblemente, la estructura de espuma multicapa se puede termoformar sobre el sustrato de manera que se aplique al sustrato un lado de una capa de espuma no reciclada de la espuma multicapa. El propio sustrato también se puede termoformar al mismo tiempo que la estructura de espuma multicapa. Además, el sustrato se puede aplicar a un lado (es decir, superficie) de una capa de espuma no reciclada de la espuma multicapa.

30 Un ejemplo de artículo termoformado es un conducto de aire de automóvil. Una estructura de espuma de celda cerrada puede ser particularmente adecuada para esta aplicación debido a su menor peso (en comparación con el plástico sólido), sus propiedades aislantes que ayudan a mantener la temperatura del aire que fluye a través del conducto y su resistencia a la vibración (frente al plástico sólido). Por lo tanto, una estructura de espuma multicapa firme puede ser adecuada para un conducto de aire de automóvil.

35 En algunas realizaciones, las estructuras de espuma multicapa son laminados que contienen la espuma multicapa y una capa de laminado. Preferiblemente, la capa de laminado se puede aplicar a un lado (es decir, superficie) de una capa de espuma no reciclada de la espuma multicapa. En estos laminados, la estructura de espuma multicapa se puede combinar, por ejemplo, con una película y/o lámina. Los ejemplos de materiales adecuados para dichas capas incluyen, pero no se limitan a, cloruro de polivinilo (PVC); poliolefina termoplástica (TPO); uretano termoplástico (TPU); tejidos como poliéster, polipropileno, tela y otros tejidos; capas de cuero y/o fibras tales como telas no tejidas. Dichas capas se pueden fabricar usando técnicas estándar que son bien conocidas por los expertos en la materia. De manera importante, la espuma multicapa de la descripción puede laminarse en uno o ambos lados con estos materiales y puede incluir múltiples capas distintas. Si la espuma multicapa está laminada por ambos lados, preferiblemente estas capas laminadas se pueden aplicar a los lados de las capas de espuma no reciclada de la espuma multicapa.

40 En estos laminados, una capa se puede unir a una capa adyacente por medio de enlaces químicos, medios mecánicos o combinaciones de los mismos. Las capas de laminado adyacentes también se pueden unir entre sí por cualquier otro medio, incluido el uso de fuerzas de atracción entre materiales que tienen cargas electromagnéticas opuestas o fuerzas de atracción presentes entre materiales que tienen ambos un carácter predominantemente hidrofóbico o predominantemente hidrofílico.

En algunas realizaciones, no reivindicadas, las estructuras o laminados de espuma multicapa se utilizan en piezas interiores de automóviles tales como paneles de puertas, rollos de puertas, inserciones de puertas, rellenos de puertas, rellenos de maleteros, reposabrazos, consolas centrales, cojines de asientos, respaldos de asientos, reposacabezas, paneles de asientos traseros, paneles de instrumentos, refuerzos para las rodillas o un recubrimiento del techo. Estas estructuras o laminados de espuma multicapa también se pueden usar en mobiliario (por ejemplo, mobiliario de comercio, de oficina y residencial) como cojines de sillas, respaldos de sillas, cojines de sofás, molduras de sofás, cojines de sillones reclinables, molduras de sillones reclinables, cojines de sofás, molduras de sofás, cojines de coche cama o molduras de coche cama. Estos laminados o estructuras de espuma multicapa también se pueden usar en paredes como paredes modulares, paredes móviles, paneles de pared, paneles modulares, paneles de sistemas de oficina, separadores de ambientes o divisiones portátiles. Los laminados o estructuras de espuma multicapa también se pueden usar en carcasas de almacenamiento (por ejemplo, comerciales, de oficinas y residenciales) que pueden ser móviles o estacionarias. Además, los laminados y estructuras de espuma multicapa también se pueden utilizar en fundas como fundas para cojines de sillas, fundas para respaldos de sillas, fundas para reposabrazos, fundas para sofás, fundas para cojines de sofás, fundas para cojines de sillones reclinables, fundas para sillones reclinables, fundas para cojines de sofás, fundas para sofás, fundas para cojines de coches cama, cubiertas para coches cama, cubiertas de paredes y cubiertas arquitectónicas.

Algunas realizaciones incluyen una primera capa de la estructura de espuma multicapa descrita y una segunda capa seleccionada del grupo que consiste en un panel de piso de madera maciza, un panel de piso de madera de ingeniería, un panel de piso laminado, una baldosa de vinilo, una baldosa de cerámica, una baldosa de porcelana, una baldosa de piedra, una baldosa de cuarzo, una baldosa de cemento y una baldosa de hormigón. Como se indicó anteriormente, preferiblemente la(s) segunda(s) capa(s) se puede(n) aplicar a un lado (es decir, superficie) de la(s) capa(s) no reciclada(s) de la estructura de espuma multicapa.

En estos laminados, la primera capa se puede unir al panel o baldosa adyacente por medio de enlaces químicos, medios mecánicos o una combinación de los mismos. Las capas de laminado adyacentes también se pueden unir entre sí por cualquier otro medio, incluido el uso de fuerzas de atracción entre materiales que tienen cargas electromagnéticas opuestas o fuerzas de atracción presentes entre materiales que tienen ambos un carácter predominantemente hidrofóbico o predominantemente hidrofílico.

Un método popular para unir la espuma multicapa descrita a un panel de piso, en particular un panel de piso de madera maciza, un panel de piso de madera de ingeniería y un panel de piso laminado, puede ser a través de una capa adhesiva sensible a la presión que se puede colocar en al menos una parte de la superficie de espuma y/o superficie del panel. Preferiblemente, la capa adhesiva se puede disponer sobre la superficie de una capa no reciclada de la estructura de espuma multicapa. Puede usarse cualquier adhesivo sensible a la presión conocido en la técnica. Ejemplos de dichos adhesivos sensibles a la presión son polímeros acrílicos, poliuretanos, elastómeros termoplásticos, copolímeros en bloque, poliolefinas, siliconas, adhesivos a base de caucho, copolímeros de acrilato de etilhexilo y ácido acrílico, copolímeros de acrilato de isoocitilo y ácido acrílico, mezclas de adhesivos acrílicos y adhesivos a base de caucho como así como combinaciones de los anteriores.

La espuma multicapa unida al panel del piso, particularmente un panel de piso de madera maciza, un panel de piso de madera de ingeniería y un panel de piso laminado, sirve para varios propósitos. La espuma puede reducir el nivel de presión del sonido reflejado cuando se golpea el panel, por ejemplo, al caminar sobre el panel con botas o zapatos de tacón alto. La espuma también puede actuar como una barrera contra el vapor de humedad entre el panel y el contrapiso y puede ayudar a proporcionar una colocación más uniforme entre varios paneles, ya que cualquier desnivel, bulto o punta (por ejemplo, la cabeza de un clavo que sobresale) en el contrapiso se amortiguará por la espuma. Estos paneles y baldosas para pisos se instalan comúnmente en casas residenciales, edificios de oficinas y otros edificios comerciales.

Otra realización no reivindicada, proporciona un sistema de solado que incluye: una capa de piso superior; una capa de contrapiso; y una o más capas bajo el piso donde al menos una de las capas bajo el piso contiene la estructura de espuma multicapa descrita dispuesta entre el contrapiso y la capa superior del piso. Preferiblemente, las capas del contrapiso y del piso superior se pueden aplicar a los lados/superficies de capas no recicladas de la estructura de espuma multicapa.

En este sistema, la capa de espuma puede o no estar unida a cualquier capa adyacente, incluyendo el contrapiso o la capa superior del piso. Cuando se une cualquier capa del sistema descrito, la unión se puede realizar mediante enlaces químicos, medios mecánicos o combinaciones de los mismos. Las capas adyacentes también se pueden unir entre sí por cualquier otro medio, incluido el uso de fuerzas de atracción entre materiales que tienen cargas electromagnéticas opuestas o fuerzas de atracción presentes entre materiales que tienen ambos un carácter predominantemente hidrofóbico o predominantemente hidrofílico.

Si se unen capas, un método popular de unión puede ser el uso de un adhesivo de uretano de un componente, un adhesivo de uretano de dos componentes, un adhesivo acrílico de un componente o un adhesivo acrílico de dos componentes. El adhesivo se puede aplicar durante la instalación del sistema en viviendas residenciales, edificios de oficinas y edificios comerciales.

- La espuma en este sistema sirve para varios propósitos. La espuma puede reducir el nivel de presión del sonido reflejado cuando se golpea la capa superior del piso, por ejemplo, al caminar sobre el panel con botas o zapatos de tacón alto. La espuma también puede actuar como una barrera contra el vapor de humedad entre el panel y el contrapiso y ayudar a proporcionar una colocación más uniforme entre varios paneles, ya que cualquier desnivel, bulto o punta (por ejemplo, la cabeza de un clavo que sobresale) en el contrapiso se amortiguará por la espuma. En los casos en que la capa superior del piso esté compuesta por baldosas de cerámica, baldosas de porcelana, baldosas de piedra, baldosas de cuarzo, baldosas de cemento y baldosas de hormigón unidas por lechada y donde todas las capas del sistema de solado estén unidas, la espuma puede ayudar a reducir la fractura de la lechada amortiguando las diferentes expansiones y contracciones térmicas de las distintas capas del sistema.
- 5
- 10 Para satisfacer los requisitos de cualquiera de las aplicaciones anteriores, las estructuras descritas de la presente descripción pueden someterse a varios procesos secundarios, que incluyen, pero no se limitan a, estampado, tratamiento de corona o plasma, generación de rugosidad en la superficie, alisado de la superficie, perforación o microperforación, empalme, rebanado, pelado, estratificado, unión y perforación de agujeros.

### Ejemplos

- 15 La siguiente tabla proporciona una lista de varios componentes y descripciones de esos componentes usados en los siguientes ejemplos.

Tabla 1

Componente	Descripción
7250FL	copolímero aleatorio de polipropileno/polietileno producido comercialmente por Total Petrochemicals [MFI es aproximadamente 1,3-1,6 (2,16 kg, 230°C)]
6232	copolímero aleatorio de polipropileno/polietileno producido comercialmente por Total Petrochemicals [MFI es aproximadamente 1,7-2,3 (2,16 kg, 230°C)]
Infuse™ OBC 9107	copolímero en bloque de polietileno/metalloceno de octeno (con una secuencia de bloques controlada) producido comercialmente por Dow [MFI es aproximadamente 0,75-1,25 (2,16 kg, 190°C)]
Adflex™ Q100F	poliolefina termoplástica producida en reactor (rTPO) producida comercialmente por LyondellBasell [MFI es aproximadamente 0,5-0,7 (2,16 kg, 230°C)]
LLP8501.67	copolímero de polietileno lineal de baja densidad (LLDPE)/hexano producido comercialmente por ExxonMobil [MFI es aproximadamente 5,9-7,5 (2,16 kg, 190°C)]
ADCA	Azodicarbonamida TC-18I producida comercialmente por P.T. Lauten Otsuka Chemical
DVB	DVB HP (80% de DVB) producido comercialmente por Dow
PR023	un paquete antioxidante compuesto estándar de Toray Plastics (América), Inc. para espuma de poliolefina que consiste en 14% de antioxidantes, 0,35% de estearato de calcio y 85,65% de resina portadora de polietileno de baja densidad (LDPE)
TPM11166	una mezcla de auxiliar de procesamiento de extrusión compuesta en una resina portadora de LDPE producida comercialmente por Techmer PM
resina reciclada	Película a base de polipropileno homopolímero metalizado de restos de fábrica (hPP) metalizado con aproximadamente 0,02-0,05 µm de aluminio depositado en vapor físico que se trituró y recicló en gránulos ovalados extruibles
espuma reticulada reciclada	Espuma mezclada de polipropileno/polietileno reticulado (PP-PE-X-E) de restos de fábrica pulverizados criogénicamente: La distribución de tamaño de las partículas de espuma pulverizada se midió usando un agitador de tamiz Ro-Tap® con tamices estándar de EE. UU. construidos según la norma ASTM E11. La distribución del tamaño de partículas se midió como:  Tamiz estándar 20 de EE. UU.: 0,0 % Tamiz estándar 30 de EE. UU.: 2,5 % Tamiz estándar 40 de EE. UU.: 26,7 % Tamiz estándar 60 de EE. UU.: 31,6 % Tamiz estándar 80 de EE. UU.: 14,4 % Tamiz estándar 100 de EE. UU.: 6,6 % Sartén: 18,2%

(Todos los ejemplos en esta descripción se coextruyeron utilizando colectores de bloque de alimentación)

Ejemplo 1: artículo A/B donde A = espuma y B = película

Los componentes A (es decir, componentes de la capa de espuma) que incluyen resinas (50% en peso de Infuse™ OBC 9107, 40% en peso de 6232 y 10% en peso de Adflex™ Q100F), agente espumante químico (7,5% de PPHR de ADCA), promotor de reticulación (2,5% de PPHR de DVB), antioxidantes (5,5% de PPHR de PR023) y auxiliar de procesamiento (2,0% de PPHR de TPM11166) se alimentaron a una primera extrusora. La primera extrusora extruyó los Componentes A a una energía específica de 12,1 kW·h/kg y una temperatura de 173°C. Los componentes B (es decir, componentes de la capa de película) que incluyen resinas (100% en peso de Adflex™ Q100F), antioxidantes (2,75% de PPHR de PR023) y auxiliar de procesamiento (2,0% de PPHR de TPM11166) se alimentaron a una segunda extrusora. Mientras la primera extrusora extruía los Componentes A, la segunda extrusora simultáneamente extruía los Componentes B a una energía específica de 39,2 kW·h/kg y una temperatura de 201°C.

Los componentes A y los componentes B se coextruyeron utilizando un colector de bloque de alimentación 80/20 para producir una lámina multicapa sin espumar y sin reticular de aproximadamente 1,33 mm de espesor (la capa A sin espumar tiene un espesor de aproximadamente 0,97 mm y la capa B sin espumar tiene un espesor de aproximadamente 0,36 mm). La Fig. 1C es una fotografía ampliada retroiluminada de una rodaja fina de la lámina multicapa sin espumar. Después de la coextrusión, la lámina se reticuló mediante radiación de haz de electrones a una dosis de 45 kGy con la capa de componentes B (es decir, la capa de película) frente a la fuente de radiación. Además, el voltaje de radiación (650 kv) se seleccionó de manera que la exposición fuera bastante uniforme en toda la profundidad de la lámina.

Después de la reticulación, la hoja se calentó en ambas superficies a aproximadamente 232,22°C (450°F) para obtener una estructura de espuma multicapa de 3,98 mm de espesor promedio y 0,102 g/cm<sup>3</sup> de densidad total media. La capa de espuma tenía un espesor de aproximadamente 3,88 mm y la capa de película tenía un espesor de aproximadamente 0,10 mm. Además, el porcentaje de fracción de gel medio total (porcentaje de reticulación) de la estructura de espuma multicapa fue del 45,7%. La Fig. 1A es una fotografía ampliada retroiluminada de la espuma del ejemplo 1 que se ha cortado en rodajas finas. La Fig. 1B es una fotografía no ampliada con iluminación frontal de la espuma del Ejemplo 1 que se ha cortado en rodajas finas. La capa de piel es visible en ambas FIG. 1A-1B.

Ejemplo 2: artículo A/B donde A = espuma y B = espuma

Los componentes A (es decir, componentes de la 1ª capa de espuma) incluidas las resinas (50% en peso de Infuse™ OBC 9107, 40% en peso de 6232 y 10% en peso de Adflex™ Q100F), agente espumante químico (7,5% de PPHR de ADCA), promotor de reticulación (2,5% de PPHR de DVB), antioxidantes (5,5% de PPHR de PR023) y auxiliar de procesamiento (2,0% de PPHR de TPM11166) se alimentaron a una primera extrusora. La primera extrusora extruyó los componentes A a una energía específica de 11,5 kW·h/kg y una temperatura de 173°C. Los componentes B (es decir, componentes de la 2ª capa de espuma), incluidas las resinas (40% en peso de 7250FL, 32,5% en peso de 6232, 15% en peso de Adflex™ Q100F, 12,5% en peso de LLP8501.67), agente espumante químico (7,5% de PPHR de ADCA), promotor de reticulación (2,75% de PPHR de DVB), antioxidantes (5,0% de PPHR de PR023) y auxiliar de procesamiento (2,0% de PPHR de TPM11166) se alimentaron a una segunda extrusora. Mientras la primera extrusora extruía los componentes A, la segunda extrusora simultáneamente extruía los Componentes B a una energía específica de 15,5 kW·h/kg ya una temperatura de 168°C.

Los componentes A y los componentes B se coextruyeron utilizando un colector de bloque de alimentación 80/20 para producir una lámina multicapa sin espumar y sin reticular de aproximadamente 1,05 mm de espesor (la capa A sin espumar tiene un espesor de aproximadamente 0,80 mm y la capa B sin espumar tiene un espesor de aproximadamente 0,25 mm). La Fig. 2C es una fotografía ampliada retroiluminada de una rodaja fina de la lámina multicapa sin espumar. Después de la coextrusión, la lámina se reticuló mediante radiación de haz de electrones a una dosis de 45 kGy con la capa de Componentes B (es decir, la 2ª capa de espuma) frente a la fuente de radiación. Además, el voltaje de radiación (650 kv) se seleccionó de manera que la exposición fuera bastante uniforme en toda la profundidad de la lámina.

Después de la reticulación, la lámina se calentó en ambas superficies a aproximadamente 232,22°C (450°F) para obtener una estructura de espuma multicapa de 2,24 mm de espesor promedio y 0,133 g/cm<sup>3</sup> de densidad total media. La 1ª capa de espuma era de aproximadamente 1,61 mm de espesor y la 2ª capa de espuma tenía un espesor de aproximadamente 0,63 mm. Además, el porcentaje de fracción de gel medio global (porcentaje de reticulación) de la estructura de espuma multicapa fue del 46,7%. La Fig. 2A es una fotografía ampliada retroiluminada de la espuma del ejemplo 2 que se ha cortado en rodajas finas. La Fig. 2B es una fotografía no ampliada con iluminación frontal de la espuma del ejemplo 2 que se ha cortado en rodajas finas.

Ejemplo 3 - Artículo A/B/A donde A = espuma y B = espuma que incluye material de poliolefina metalizada reciclada

Los componentes A (es decir, componentes 1º y 3º de la capa de espuma), incluidas las resinas (40% en peso de 7250FL, 32,5% en peso de 6232, 15% en peso de Adflex™ Q100F, 12,5% en peso de LLP8501.67), agente espumante químico (7,5% de PPHR de ADCA), promotor de reticulación (2,75% de PPHR de DVB), antioxidantes (5,0% de PPHR

de PR023) y auxiliar de procesamiento (2,0% de PPHR de TPM11166) se introdujeron en una primera y una tercera extrusoras. Las extrusoras primera y tercera extruyeron los componentes A a una energía específica de 18,3 kW·h/kg y una temperatura de 172°C. Los componentes B (es decir, 2° componentes de la capa de espuma reciclada), incluidas resinas (40% en peso de 7250FL, 32,5% en peso de 6232, 15% en peso de resina reciclada, 12,5% en peso de LLP8501.67), agente espumante químico (7,5% de PPHR de ADCA), promotor de reticulación (2,75% de PPHR de DVB), antioxidantes (5,0% de PPHR de P R023) y auxiliar de procesamiento (2,0% de PPHR de TPM11166) se alimentaron a una segunda extrusora. Mientras las extrusoras primera y tercera extruían los componentes A, la segunda extrusora extruyó simultáneamente los componentes B a una energía específica de 16,4 kW·h/kg ya una temperatura de 169°C.

Los componentes A y los componentes B se coextruyeron usando un colector de bloque de alimentación 25/50/25 para producir una lámina multicapa no reticulada y sin espumar de aproximadamente 1,04 mm de espesor (las capas A sin espumar tienen un espesor de aproximadamente 0,26 y 0,28 mm y la capa B sin espumar tiene un espesor de aproximadamente 0,50 mm). La Fig. 3E es una fotografía ampliada retroiluminada de una fina rodaja de la lámina multicapa sin espumar. Después de la coextrusión, la lámina se reticuló mediante radiación de haz de electrones a una dosis de 45 kGy. Además, el voltaje de radiación (650 kv) se seleccionó de manera que la exposición fuera bastante uniforme en toda la profundidad de la lámina.

Después de la reticulación, la lámina se calentó en ambas superficies a aproximadamente 232,22°C (450°F) para obtener una estructura de espuma multicapa de 2,05 mm de espesor promedio y 0,208 g/cm<sup>3</sup> de densidad total promedio, en la que las capas de espuma 1ª y 3ª tienen intercalada la 2ª capa de espuma reciclada. Las capas 1ª y 3ª de espuma combinadas tenían un espesor de aproximadamente 1,06 mm (cada una de aproximadamente 0,53 mm) y la 2ª capa de espuma reciclada tenía un espesor de aproximadamente 0,99 mm. Además, el porcentaje de fracción de gel medio total (porcentaje de reticulación) de la estructura de espuma multicapa fue del 43,2%. Las Figs. 3A-3B son fotografías ampliadas retroiluminadas de la espuma del ejemplo 3 que se ha cortado en rodajas finas. Las Figs. 3C-3D son fotografías no ampliadas con iluminación frontal de la espuma del ejemplo 3 que se ha cortado en rodajas finas.

Ejemplo 4 - Artículo A/B/A donde A = espuma y B = espuma, incluido el material de espuma reciclado pulverizado criogénicamente

Los componentes A (es decir, componentes 1° y 3° de la capa de espuma), incluidas las resinas (40% en peso de 7250FL, 32,5% en peso de 6232, 15% en peso de Adflex™ Q100F, 12,5% en peso de LLP8501.67), agente espumante químico (7,5% de PPHR de ADCA), promotor de reticulación (2,75% de PPHR de DVB), antioxidantes (5,0% de PPHR de PR023) y auxiliar de procesamiento (2,0% de PPHR de TPM11166) se introdujeron en una primera y una tercera extrusoras. Las extrusoras primera y tercera extruyeron los componentes A a una energía específica de 18,3 kW·h/kg y una temperatura de 172°C. Los componentes B (es decir, 2° componentes de la capa de espuma reciclada), incluidas resinas (40% en peso de 7250FL, 32,5% en peso de 6232, 15% en peso de espuma reticulada reciclada, 12,5% en peso de LLP8501.67), agente espumante químico (7,5% de PPHR de ADCA), promotor de reticulación (2,75% de PPHR de DVB), antioxidantes (5,0% de PPHR de PR023) y auxiliar de procesamiento (2,0% de PPHR de TPM11166) se alimentaron a una segunda extrusora. Mientras las extrusoras primera y tercera extruían los componentes A, la segunda extrusora extruyó simultáneamente los componentes B a una energía específica de 17 kW·h/kg y una temperatura de 170°C.

Los componentes A y los componentes B se coextruyeron usando un colector de bloque de alimentación 25/50/25 para producir una lámina multicapa sin espumar y sin reticular de aproximadamente 1,11 mm de espesor (las capas A sin espumar tienen un espesor de aproximadamente 0,26 y 0,25 mm y la capa B sin espumar tiene un espesor de aproximadamente 0,60 mm). La Fig. 4C es una fotografía ampliada retroiluminada de una rodaja fina de la lámina multicapa sin espumar. Después de la coextrusión, la lámina se reticuló mediante radiación de haz de electrones a una dosis de 45 kGy. Además, el voltaje de radiación (650 kv) se seleccionó de manera que la exposición fuera bastante uniforme en toda la profundidad de la lámina.

Después de la reticulación, la lámina se calentó en ambas superficies a aproximadamente 32,22°C (450°F) para obtener una estructura de espuma multicapa de 3,60 mm de espesor promedio y 0,130 g/cm<sup>3</sup> de densidad total promedio, en el que las capas 1ª y 3ª de espuma tienen intercalada la 2ª capa de espuma reciclada. Las capas de espuma 1ª y 3ª combinadas tenían un espesor de aproximadamente 1,90 mm (cada una de aproximadamente 0,95 mm) y la 2ª capa de espuma reciclada tenía un espesor de aproximadamente 1,70 mm. Además, el porcentaje de fracción de gel medio total (porcentaje de reticulación) de la estructura de espuma multicapa fue del 37,9%. La Fig. 4A es una fotografía ampliada retroiluminada de la espuma del ejemplo 4. La Fig. 4B es una fotografía no ampliada con iluminación frontal de la espuma del ejemplo 4. Tenga en cuenta que en el ejemplo 4, el material de espuma reticulado y reciclado era de color carbón y esta es la razón por la cual la capa intermedia es más oscura.

**Espumado por extrusión frente a extrusión y luego espumado**

Una lámina espumada por extrusión de polietileno (una espuma de pared de recubrimiento de piscina de 0,025-0,026 g/cm<sup>3</sup> disponible comercialmente de Gladon Company (Oak Creek, WI) ("38064 azul Gladon")) se comparó con dos láminas de espuma de polietileno de 0,025-0,026 g/cm<sup>3</sup> producidas por los métodos descritos en el presente documento. La primera lámina es Toraypef<sup>®</sup> 40100-AG00 producido comercialmente por Toray Industries, Inc (Shiga, JP). El 40100-AG00 se espumó calentando la lámina reticulada por radiación con aire caliente. La segunda lámina es Toraypef<sup>®</sup> 40064LCE-STD producido por Toray Plastics (América), Inc. El 40064LCE-STD se espumó calentando la lámina reticulada por radiación con sal fundida en una superficie y calor radiante en la otra superficie. Las características superficiales de estos tres ejemplos se probaron utilizando un perfilómetro Nanovea ST400 3D. Las especificaciones de la sonda y los parámetros de medición se pueden encontrar en las Tablas 2 y 3 posteriores. Como se muestra en la Tabla 4 posterior, independientemente del método de calentamiento, el material espumado por extrusión (38064 azul Gladon) es significativamente más rugoso (exhibiendo una rugosidad superficial media (Sa) de 83,9 µm y una altura máxima (altura entre el pico más alto y el valle más profundo) (Sz) de 706 µm) que las láminas extruidas y luego espumadas (40100-AG00 y 40064LCE-STD) (que exhiben una rugosidad superficial media (Sa) entre 20,7-65,2 µm y una altura máxima (Sz) de 237-592 µm).

La superficie de una lámina de espuma de poliolefina reticulada químicamente de 0,067 g/cm<sup>3</sup> (ProGame<sup>™</sup> XC-Cut 7010 producido comercialmente por Trocellen Group of Companies) se comparó con dos láminas de espuma mixta de polipropileno/polietileno físicamente reticuladas de 0,067 g/cm<sup>3</sup> (Toraypef<sup>®</sup> 15030AC17-STD y ToraSoft<sup>®</sup> 15030SR18-STD) producido por los métodos descritos en el presente documento. Tanto la espuma reticulada químicamente como las espumas reticuladas físicamente se espumaron en un proceso posterior a la extrusión. Las características superficiales de estos tres ejemplos se probaron utilizando un perfilómetro Nanovea ST400 3D. Las especificaciones de la sonda y los parámetros de medición se pueden encontrar en las Tablas 2 y 3 posteriores. Como se muestra en la Tabla 4 posterior, la espuma reticulada químicamente (XC-Cut 7010) mostró una rugosidad superficial media (Sa) de 89,5 µm y una altura máxima (Sz) de 856 µm. Las espumas reticuladas físicamente exhibieron una rugosidad superficial media (Sa) de 7,63-23,9 µm y una altura máxima (Sz) de 81,0-273 µm. Por lo tanto, las espumas reticuladas físicamente exhiben superficies significativamente más suaves que las espumas reticuladas químicamente.

Tabla 2

Rango de medición	P1-OP400C	P1-OP1200C
Resolución Z (nm)	12	25
Precisión Z (nm)	60	200
Resolución lateral (µm)	3,5	4,0

Tabla 3

	400100-AG00,40064 LCE-STD, 15030AC17-STD, 15030SR18-STD	40064 LCE-STD lado sin etiquetar, 38064, XC-Cut 7010
Sonda	P1-OP400C	P1-OP1200C
Tasa de adquisición promedio	800-1850Hz	200-1500Hz
Superficie medida	10mm x 10 mm	10mm x 10 mm
Tamaño de etapa	10µm x 15 µm	10µm x 15 µm
Tiempo de medición	00:49:23	1:31:45

Tabla 4

Muestra	Sa(µm)	Sz (µm)
400100-AG00 lado etiquetado	20,7	237
400100-AG00 lado sin etiquetar	29,5	276
40064 LCE-STD Lado con la etiqueta	22,8	281
40064 LCE-STD lado sin etiquetar	65,2	592
38064 azul Gladon	83,9	706
1503AC17-STD lado etiquetado	22,7	273
15030AC17-STD lado sin etiquetar	7,63	81,0
15030SR18-STD lado etiquetado	23,9	261
15030SR18-STD lado sin etiquetar	12,7	149
XC-Cut 7010 "15100"	89,5	856

Métodos de prueba

Las diversas propiedades en los ejemplos anteriores se midieron mediante los siguientes métodos:

5 La energía específica de una extrusora se puede calcular según la fórmula:

$$\text{Energía específica} = \frac{KW \text{ (aplicado)}}{\text{velocidad de alimentación} \left( \frac{kg}{h} \right)}$$

donde

$$KW \text{ (aplicado)} = \frac{KW \text{ (potencia del motor)} \cdot (\% \text{ de torque desde el máximo permisible}) \cdot RPM \text{ (RPM de funcionamiento real)}}{RPM \text{ máx. (capacidad de la extrusora)} \cdot 0,97 \text{ (eficiencia de la caja de carteros)}}$$

En general, los valores preferidos de energía específica serían al menos 0,090 kW-h/kg, preferiblemente al menos 0,105 kW-h/kg, y más preferiblemente al menos 0,120 kW-h/kg, y aún más preferiblemente al menos 10 kW-h/kg.

10 La "densidad" de la estructura de espuma multicapa se puede definir y medir utilizando la densidad de sección o "total", en lugar de una densidad "central", según JIS K6767. En general, los valores preferidos de densidad serían 20-250 kg/m<sup>3</sup>, y más preferiblemente 30-125 kg/m<sup>3</sup>.

15 La "rugosidad superficial media" y la "altura máxima" (altura entre el pico más alto y el valle más profundo) de la superficie de la estructura de espuma multicapa se pueden definir y medir con un perfilómetro sin contacto 3D Nanovea. Las especificaciones de la sonda y los parámetros de medición para medir la rugosidad superficial media y la altura máxima se pueden encontrar en las Tablas 2 y 3. La rugosidad superficial media de las espumas producidas puede ser menos de aproximadamente 80 µm, menos de aproximadamente 70 µm, menos de aproximadamente 50 µm, menos de aproximadamente 40 µm, menos de aproximadamente 30 µm, menos de aproximadamente 25 µm, menos de aproximadamente 20 µm, menos de aproximadamente 15 µm y menos de aproximadamente 10 µm. La altura máxima para la superficie de las espumas producidas puede ser menos de aproximadamente 700 µm, menos de aproximadamente 600 µm, menos de aproximadamente 300 µm, menos de aproximadamente 250 µm, menos de aproximadamente 200 µm, menos de aproximadamente 150 µm y menos de 100 µm.

25 La "reticulación" se puede medir según el "Método de fracción de gel de Toray", donde se usa disolvente de tetralina para disolver los componentes no reticulados. En principio, el material no reticulado se disuelve en tetralina y el grado de reticulación se expresa como porcentaje en peso del material reticulado. El aparato utilizado para determinar el porcentaje de reticulación del polímero incluye: malla de 100 (diámetro de alambre de 0,0045 pulgadas); bolsas de acero inoxidable tipo 304; alambres y clips numerados; un aparato de baño de aceite termostático Miyamoto; una balanza analítica; una campana de humos; un quemador de gas; un horno de alta temperatura; una pistola antiestática; y tres recipientes de acero inoxidable de boca ancha con tapa de 3,5 litros. Los reactivos y materiales utilizados incluyen tetralina disolvente de alto peso molecular, acetona y aceite de silicona. Específicamente, se pesa una bolsa de malla de alambre vacía y se registra el peso. Para cada muestra, se pesan aproximadamente 100 miligramos ± aproximadamente 5 miligramos de muestra y se transfieren a la bolsa de malla de alambre. Se registra el peso de la bolsa de malla de alambre y la muestra, normalmente en forma de recortes de espuma. Cada bolsa está unida al alambre y clips del número correspondiente. Cuando la temperatura del disolvente alcanza los 130°C, el paquete (bolsa y muestra) se sumerge en el disolvente. Las muestras se agitan hacia arriba y hacia abajo aproximadamente 5 o 6 veces para aflojar las burbujas de aire y humedecer completamente las muestras. Las muestras se conectan a un agitador y se agitan durante tres (3) horas para que el disolvente pueda disolver la espuma. A continuación, las muestras se enfrían en una campana de humos. Las muestras se lavan sacudiéndolas hacia arriba y hacia abajo aproximadamente 7 u 8 veces en un recipiente con acetona primaria. Las muestras se lavan una segunda vez en un

## ES 2 975 686 T3

- segundo lavado con acetona. Las muestras lavadas se lavan una vez más en un tercer recipiente de acetona nueva como se indicó anteriormente. A continuación, las muestras se cuelgan en una campana de humos para evaporar la acetona durante aproximadamente 1 a aproximadamente 5 minutos. A continuación, las muestras se secan en un horno de secado durante aproximadamente 1 hora a 120°C. Las muestras se enfrían durante un mínimo de unos 15 minutos. La bolsa de malla de alambre se pesa en una balanza analítica y se registra el peso. Luego se calcula la reticulación usando la fórmula  $100 \cdot (C-A)/(B-A)$ , donde A = peso de la bolsa de malla de alambre vacía; B = peso de la bolsa de alambre + muestra de espuma antes de la inmersión en tetralina; y C = peso de la bolsa de alambre + muestra disuelta después de la inmersión en tetralina. En general, los valores preferidos del grado de reticulación pueden ser del 20-75%, y más preferiblemente del 30-60%.
- 5
- 10 El valor del "índice de fluidez" (MFI) para un polímero se puede definir y medir según la norma ASTM D1238 a 230°C para polipropilenos y materiales a base de polipropileno y a 190°C para polietilenos y materiales a base de polietileno utilizando un émbolo de 2,16 kg durante 10 minutos. El tiempo de prueba puede reducirse para resinas de flujo de fusión relativamente alto.
- 15 Esta solicitud describe varios rangos numéricos en el texto y las figuras. Los rangos numéricos descritos soportan inherentemente cualquier rango o valor dentro de los rangos numéricos descritos aunque no se establece una limitación de rango precisa textualmente en la memoria porque esta invención se puede practicar en todos los rangos numéricos descritos.
- La descripción anterior se presenta para permitir que un experto en la materia realice y use la invención, y se proporciona en el contexto de una aplicación particular y sus requisitos.

20

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para formar una estructura multicapa que comprende:
- coextruir:
- una primera capa que comprende:
- 5 polipropileno o polietileno; y
- un primer agente espumante químico; y
- una segunda capa en un lado de la primera capa, comprendiendo la segunda capa:
- 5-50% en peso de material de espuma de poliolefina reticulada reciclada;
- 50-95% en peso de polipropileno, polietileno o una combinación de polipropileno y polietileno; y
- 10 un segundo agente espumante químico.
2. El método según la reivindicación 1, en el que el material de espuma de poliolefina reticulada reciclada comprende material de espuma de poliolefina pulverizada criogénicamente, y donde preferiblemente el material de espuma de poliolefina pulverizada criogénicamente es lo suficientemente pequeño para atravesar una malla estándar de EE. UU. de 3,5.
- 15 3. El método según la reivindicación 1, en el que la primera capa comprende polipropileno con un índice de fluidez de 0,1 a 25 gramos por 10 minutos a 230°C, o en el que la primera capa comprende polietileno con un índice de fluidez de 0,1 a 25 gramos por 10 minutos a 190°C.
4. El método según la reivindicación 1, que comprende además coextruir una tercera capa en un lado de la segunda capa opuesto a la primera capa, comprendiendo la tercera capa:
- 20 polipropileno o polietileno; y
- un tercer agente espumante químico.
5. El método según la reivindicación 4, que comprende además una de las siguientes características:
- i) la primera capa y la tercera capa están libres de material de poliolefina reciclada o comprenden menos del 5% en peso, preferiblemente menos del 2% en peso, más preferiblemente menos del 1% en peso, más preferiblemente menos del 0,5% en peso, más preferiblemente menos del 0,1% en peso, más preferiblemente menos del 0,05% en peso, más preferiblemente menos del 0,025% en peso, más preferiblemente menos del 0,01% en peso de material poliolefínico reciclado;
- 25 ii) la primera, segunda y tercera capa comprenden un agente reticulante;
- iii) el primer, segundo y tercer agente espumante químico es azodicarbonamida;
- 30 iv) la primera capa y la tercera capa comprende polipropileno y polietileno.
6. El método según la reivindicación 1, que comprende además:
- irradiar las capas coextruidas con radiación ionizante; y
- espumar las capas irradiadas coextruidas.
7. El método según la reivindicación 6, que comprende además coextruir una tercera capa en un lado de la segunda capa opuesto a la primera capa, comprendiendo la tercera capa:
- 35 polipropileno o polietileno; y
- un tercer agente espumante químico;
- en donde preferiblemente
- i) la primera capa y la tercera capa son sustancialmente de material de poliolefina reciclada o comprenden menos del 5% en peso, preferiblemente menos del 2% en peso, más preferiblemente menos del 1% en peso, más preferiblemente menos del 0,5% en peso, más preferiblemente menos del 0,1% en peso, más preferiblemente menos del 0,05% en peso, más preferiblemente menos del 0,025% en peso, más preferiblemente menos del 0,01% en peso de material poliolefínico reciclado, o
- 40

- ii) la segunda capa y la tercera capa comprenden polipropileno y polietileno.
8. El método según la reivindicación 6, que comprende además una de las siguientes características:
- i) el material de espuma de poliolefina reticulada reciclada, comprende material de espuma de poliolefina pulverizada criogénicamente;
- 5 ii) la radiación ionizante se selecciona del grupo que consiste en rayos alfa, rayos beta, rayos gamma o haces de electrones, en donde preferiblemente la radiación ionizante es un haz de electrones con un voltaje de aceleración de 200-1500 kV, en donde más preferiblemente una dosificación del haz de electrones absorbido es de 10-500 kGy;
- iii) la estructura coextruida se irradia hasta 4 veces distintas;
- iv) la radiación ionizante reticula la estructura extruida hasta un grado de reticulación del 20-75%;
- 10 v) el espumado comprende calentar la estructura irradiada con sal fundida;
- vi) la estructura de espuma multicapa tiene una densidad de 20-250 kg/m<sup>3</sup>;
- vii) la estructura de espuma multicapa tiene un tamaño medio de celda cerrada de 0,05-1,0 mm;
- viii) la estructura de espuma multicapa tiene un espesor de 0,2-50 mm;
- ix) una rugosidad superficial media para la primera capa es inferior a 80 µm.
- 15 9. Una estructura de espuma multicapa que comprende:
- una primera capa de espuma coextruida que comprende polipropileno o polietileno; y
- una segunda capa de espuma coextruida en un lado de la primera capa de espuma, comprendiendo la segunda capa de espuma:
- 5-50% en peso de material de espuma de poliolefina reticulada reciclada; y
- 20 50-95% en peso de polipropileno, polietileno o una combinación de polipropileno y polietileno.
10. La estructura de espuma multicapa según la reivindicación 9, que comprende además una tercera capa de espuma coextruida en un lado de la segunda capa de espuma opuesto a la primera capa de espuma, comprendiendo la tercera capa de espuma polipropileno o polietileno.
- 25 11. La estructura de espuma multicapa según la reivindicación 10, en donde la primera capa de espuma y la tercera capa de espuma están libres de material de poliolefina reciclada o comprenden menos del 5% en peso, preferiblemente menos del 2% en peso, más preferiblemente menos del 1% en peso, más preferiblemente menos del 0,5% en peso, más preferiblemente menos de 0,1% en peso, más preferiblemente menos de 0,05% en peso, más preferiblemente menos de 0,025% en peso, más preferiblemente menos de 0,01% en peso de material de poliolefina reciclada.
- 30 12. La estructura de espuma multicapa según la reivindicación 9, que comprende además una de las siguientes características:
- i) el material de espuma de poliolefina reticulada reciclada comprende material de espuma de poliolefina pulverizada criogénicamente;
- ii) la primera capa comprende polipropileno con un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 230°C;
- iii) la primera capa comprende polietileno con un índice de fluidez de 0,1-25 gramos por 10 minutos a 190°C;
- 35 iv) la densidad de la estructura de espuma multicapa es de 20-250 kg/m<sup>3</sup>;
- v) la estructura de espuma multicapa tiene un grado de reticulación de 20-75%;
- vi) la estructura de espuma multicapa tiene un tamaño medio de celda cerrada de 0,05-1,0 mm;
- vii) la estructura de espuma multicapa tiene un espesor de 0,2-50 mm;
- viii) una rugosidad superficial media para la primera capa de espuma es inferior a 80 µm;
- 40 ix) la estructura de espuma se corta, se asierra por fricción, se cizalla, se corta con calor, se corta con láser, se corta con plasma, se corta con chorro de agua, se corta con troquel, se corta mecánicamente o se corta manualmente para formar un artículo.
13. La estructura de espuma multicapa según la reivindicación 10, en el que la primera capa y la tercera capa

comprenden polipropileno y polietileno.

14. Un laminado que comprende:

una estructura de espuma multicapa que comprende:

una primera capa de espuma coextruida que comprende polipropileno o polietileno; y

5 una segunda capa de espuma coextruida en un lado de la primera capa de espuma, comprendiendo la segunda capa de espuma:

5-50% en peso de material de espuma de poliolefina reticulada reciclada; y

50-95% en peso de polipropileno, polietileno o una combinación de polipropileno y polietileno; y

una capa laminada en un lado de la primera capa de espuma opuesto a la segunda capa de espuma.

10 15. El laminado según la reivindicación 14, que comprende además una de las siguientes características:

i) el material de espuma de poliolefina reticulada reciclada comprende material de espuma de poliolefina pulverizada criogénicamente;

ii) la capa de laminado se selecciona del grupo que consiste en una película, un tejido, una capa de fibra y un cuero;

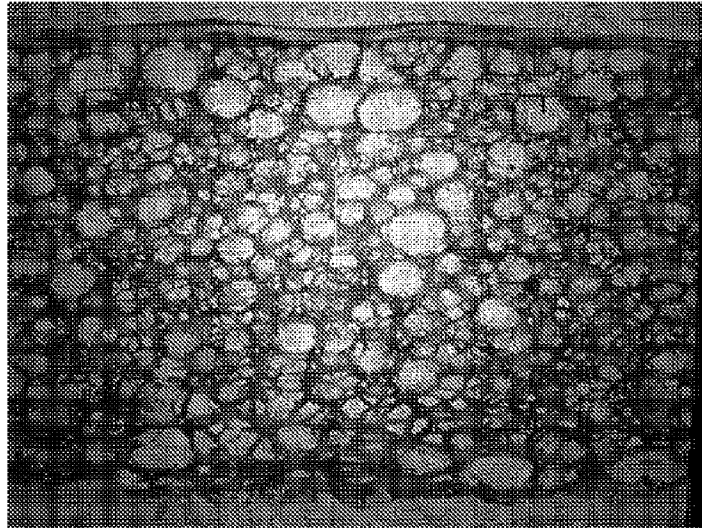
15 iii) una rugosidad superficial media para la primera capa de espuma es inferior a 80  $\mu\text{m}$ ;

iv) la estructura de espuma multicapa comprende además una tercera capa de espuma en un lado de la segunda capa de espuma opuesto a la primera capa de espuma, comprendiendo la tercera capa de espuma polipropileno o polietileno, y más preferiblemente comprende uno de los siguientes:

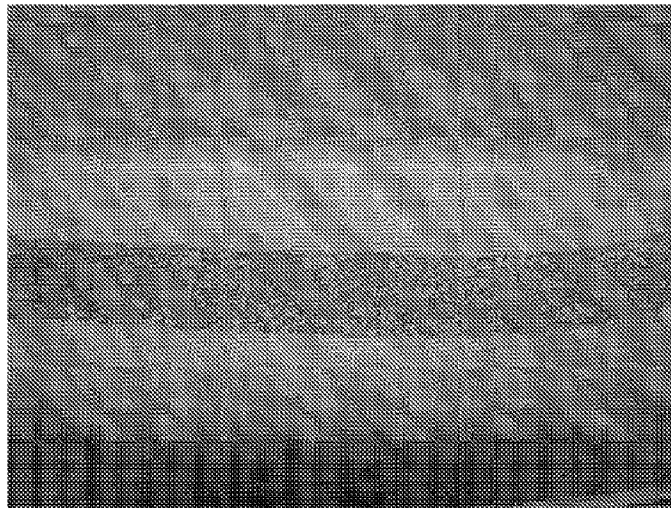
20 - la primera capa de espuma y la tercera capa de espuma están sustancialmente libres de material de poliolefina reciclada;

- comprende además un sustrato en un lado de la tercera capa de espuma opuesto a la segunda capa de espuma, en el que el laminado se termoforma sobre el sustrato;

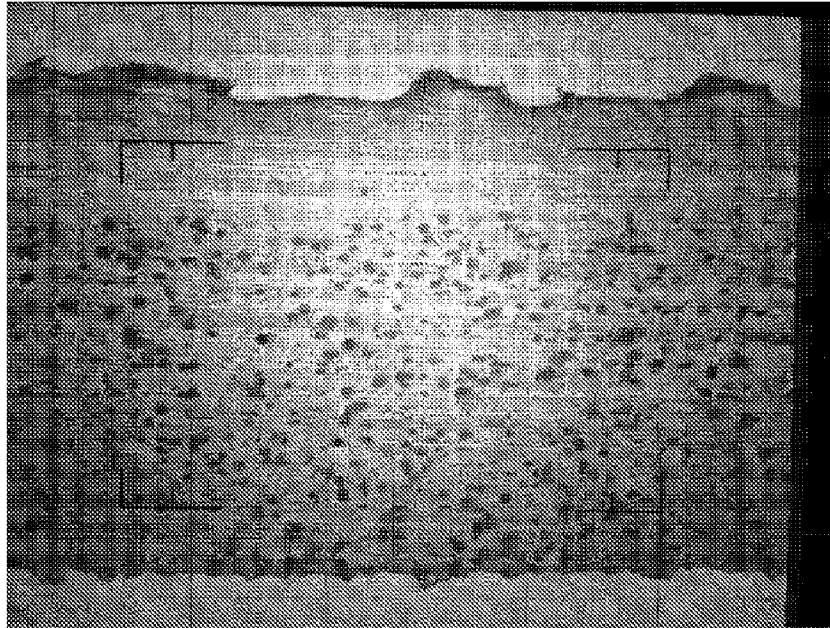
- la primera capa y la tercera capa comprenden polipropileno y polietileno.



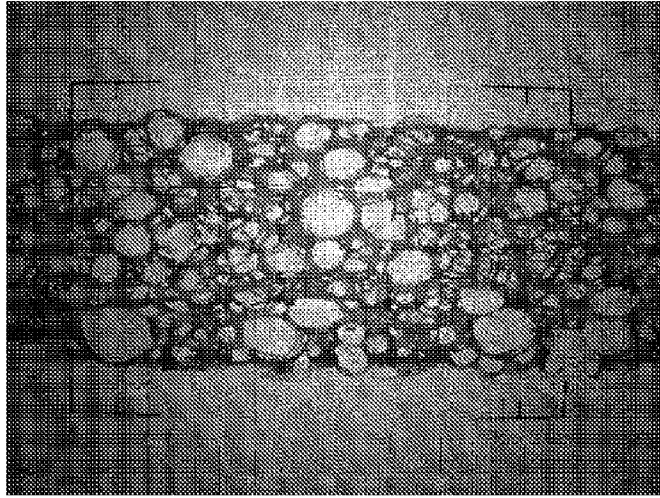
**FIG. 1A**



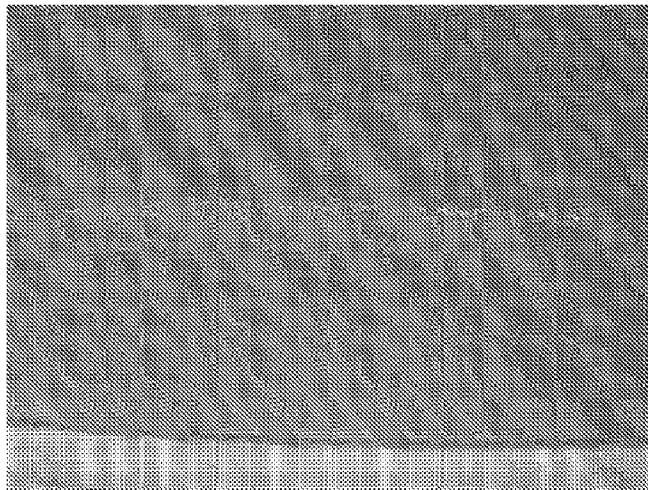
**FIG. 1B**



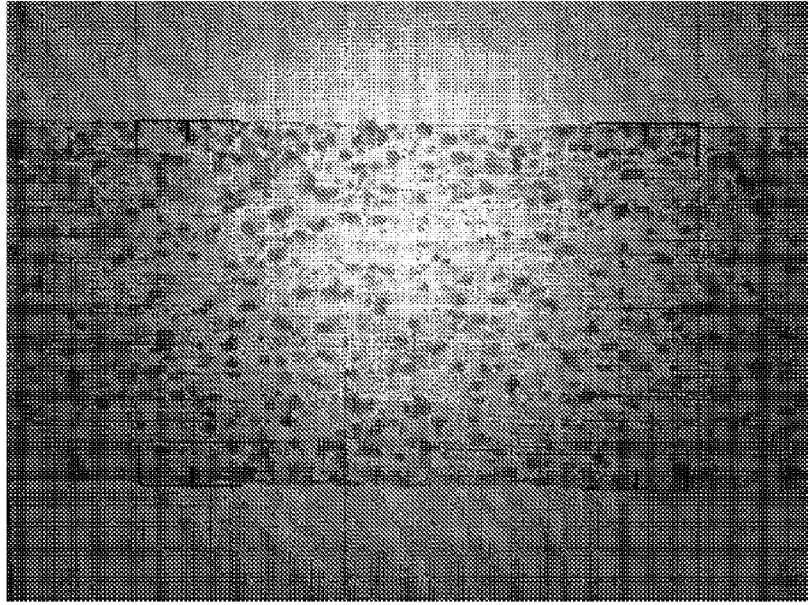
**FIG. 1C**



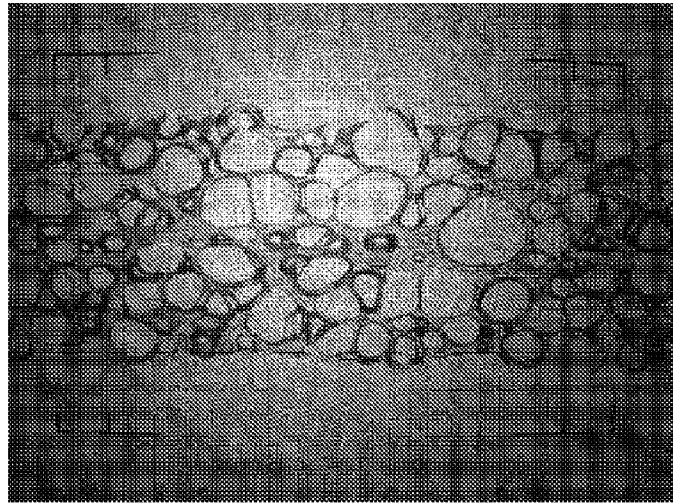
**FIG. 2A**



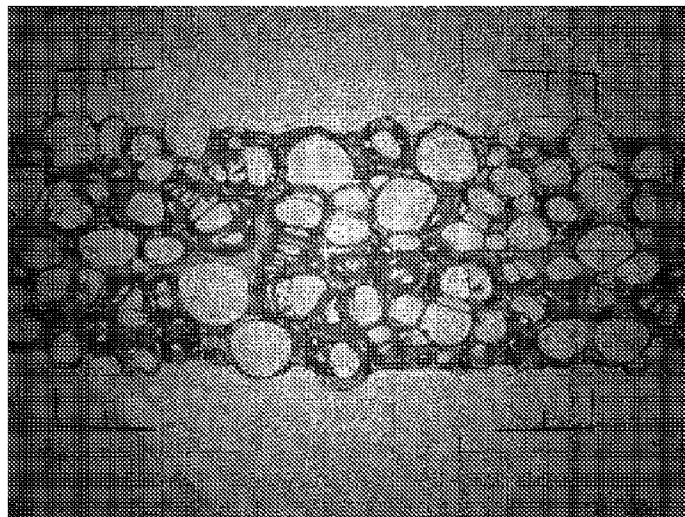
**FIG. 2B**



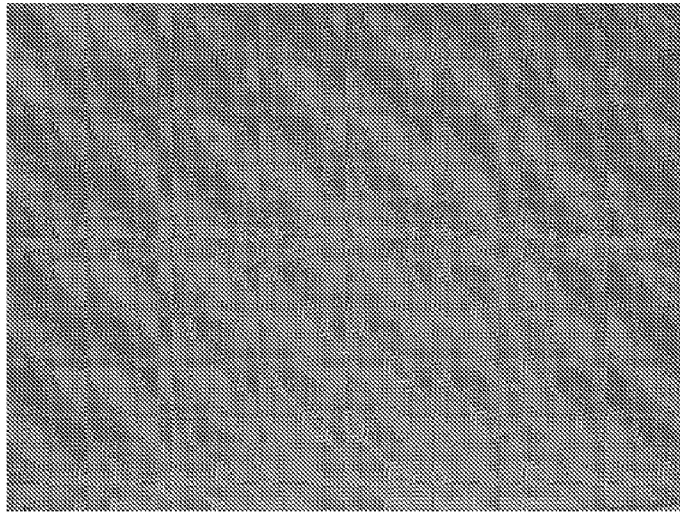
**FIG. 2C**



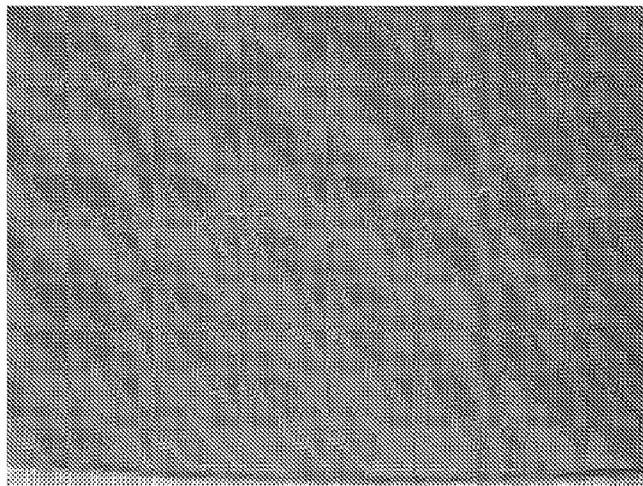
**FIG. 3A**



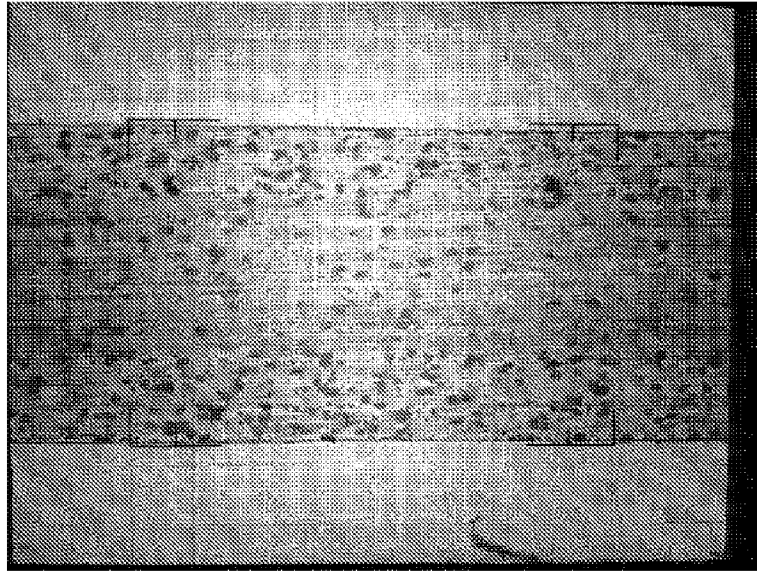
**FIG. 3B**



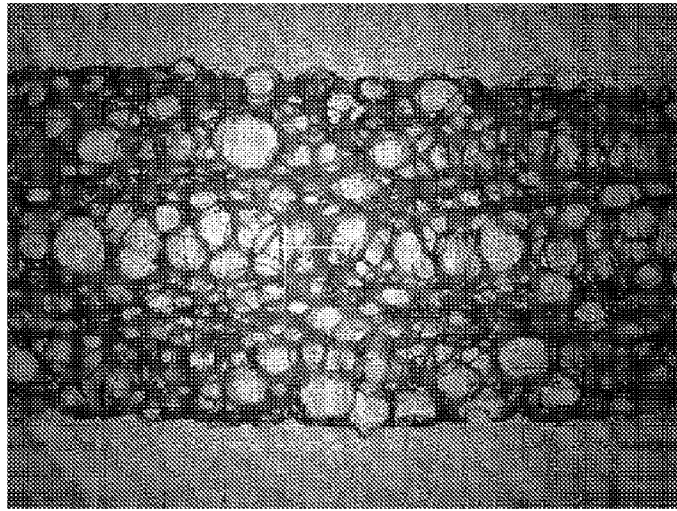
**FIG. 3C**



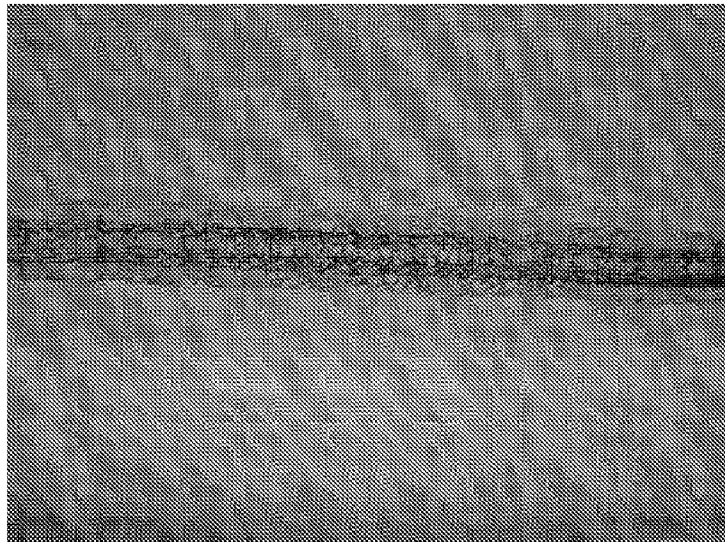
**FIG. 3D**



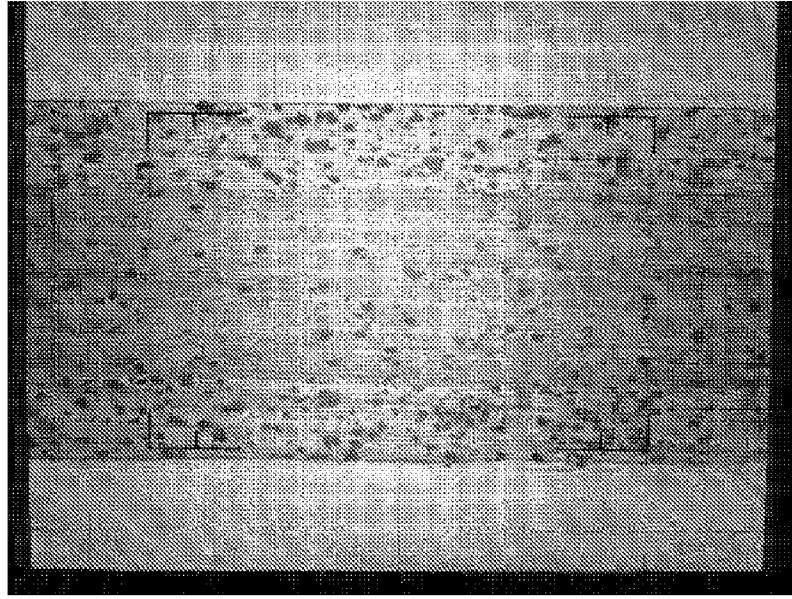
**FIG. 3E**



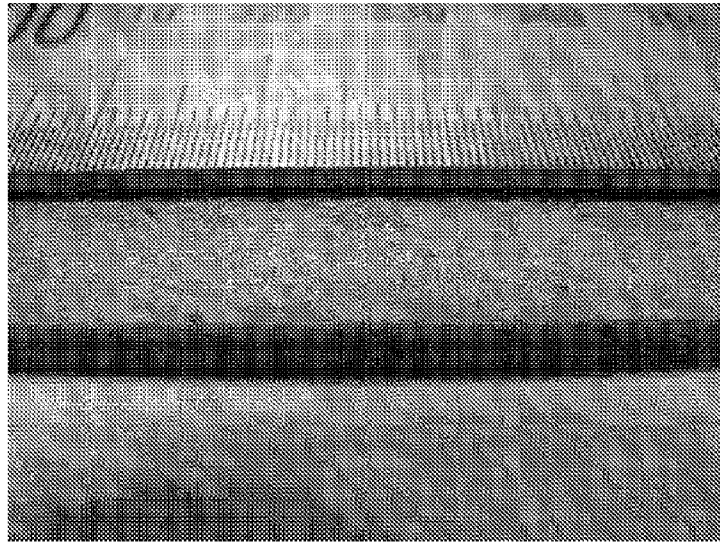
**FIG. 4A**



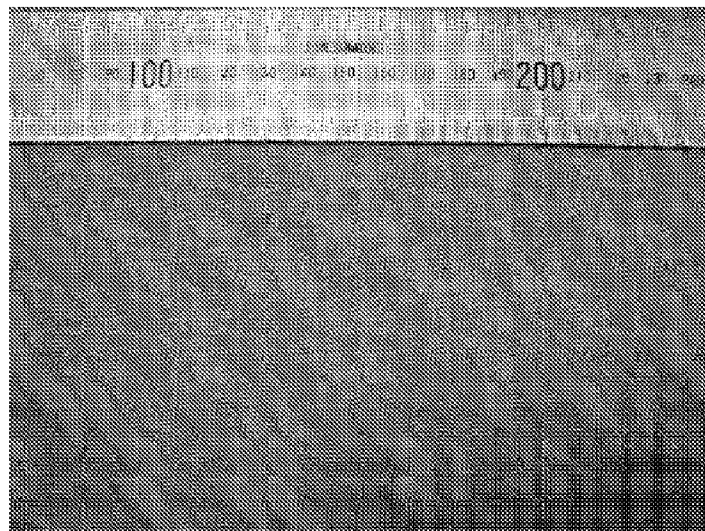
**FIG. 4B**



**FIG. 4C**



**FIG. 5A**



**FIG. 5B**