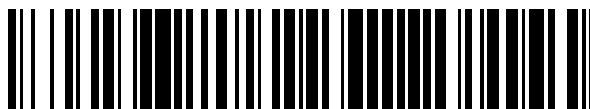


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 644 457**

51 Int. Cl.:

C09J 11/08 (2006.01)

C09J 151/06 (2006.01)

C08L 51/06 (2006.01)

C09J 7/02 (2006.01)

C09J 193/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.07.2014 PCT/US2014/047929**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.01.2015 WO15013472**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.07.2014 E 14750654 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.08.2017 EP 3024906**

54 Título: **Composiciones adhesivas que contienen interpolímeros de etileno/ α -olefina funcionalizados y agentes de pegajosidad basados en colofonia**

30 Prioridad:

24.07.2013 WO PCT/CN2013/080036

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.11.2017

73 Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)
2040 Dow Center
Midland, Michigan 48674, US**

72 Inventor/es:

**CHEN, LIVIA LI WEN y
YALVAC, SELIM**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 644 457 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

Composiciones adhesivas que contienen interpolímeros de etileno/ α -olefina funcionalizados y agentes de pegajosidad basados en colofonia

Antecedentes

- 5 En la industria adhesiva, los elastómeros de poliolefina catalizados en un sitio único se han formulado generalmente con agentes de pegajosidad hidrogenados (H2HCRs) o totalmente alifáticos para adhesivos de fusión en caliente (HMA), para conseguir un rendimiento adhesivo superior. Sin embargo, los agentes de pegajosidad hidrogenados son costosos de producir, y tienen actualmente un suministro limitado. Los agentes de pegajosidad basados en la colofonia abundantes (agentes de pegajosidad derivados de la colofonia) son más bajos en coste que los agentes de pegajosidad de H2HCRs. Existe una necesidad de nuevas composiciones adhesivas que contengan agentes de pegajosidad basados en colofonia, y que tengan una resistencia al calor y una flexibilidad mejoradas a temperatura ambiente y a bajas temperaturas (-17°C).

- 15 Las formulaciones adhesivas se describen en las siguientes referencias: patentes de EE.UU. Nos. US 5763516, US 5441999, US 7223814, US 7645829, US 6858667, US 5458982, US 4284541, US 7645829; publicación internacional No. WO 2007146875; JP 3046514B (resumen), JP 2052668B (resumen), JP 1029830B (resumen), JP 2008069295A (resumen), JP 61181882A (resumen), JP 55066981A (resumen). US 4207220 describen composiciones adhesivas que comprenden ésteres de colofonia y polietileno modificado de densidad relativamente alta. Sin embargo, como se ha discutido anteriormente, existe la necesidad de nuevas composiciones adhesivas que contengan agentes de pegajosidad basados en colofonia. Existe una necesidad adicional de tales composiciones que tengan una resistencia al calor y una flexibilidad mejoradas a temperatura ambiente y temperaturas bajas (-17°C). Estas necesidades han sido satisfechas por la siguiente invención.

Compendio de la invención

La invención proporciona una composición que comprende los siguientes componentes:

- 25 A) un interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico que comprende las siguientes propiedades:
- i) una viscosidad en estado fundido (177°C) menor que o igual a 50.000 cP; y
 - ii) una densidad de 0,855 a 0,895 g/cc;
- B) un agente de pegajosidad basado en colofonia; y
- en el que el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:
- 30 i) un éster de glicerol parcialmente hidrogenado;
- ii) un éster de pentaeritritol completamente hidrogenado;
 - iii) un éster de glicerol completamente hidrogenado;
 - iv) un éster no hidrogenado con una Tg de 30°C a 50°C; o
 - v) una combinación de los mismos.

Descripción detallada

Como se discutió anteriormente, la invención proporciona una composición que comprende los siguientes componentes:

- A) un interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico que comprende las siguientes propiedades:
- 40 i) una viscosidad en estado fundido (177°C) menor que o igual a 50.000 cP; y
- ii) una densidad de 0,855 a 0,895 g/cc;
- B) un agente de pegajosidad basado en colofonia; y
- en el que el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:
- i) un éster de glicerol parcialmente hidrogenado;
- 45 ii) un éster de pentaeritritol completamente hidrogenado;

iii) un éster de glicerol completamente hidrogenado;

iv) un éster no hidrogenado con una Tg de 30°C a 50°C, además de 32°C a 48°C, además de 34°C a 46°C, además de 36°C a 44°C; o

v) una combinación de los mismos.

5 La composición de la invención puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describen en la presente memoria.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

ii) un éster de pentaeritritol completamente hidrogenado;

iii) un éster de glicerol completamente hidrogenado;

10 iv) un éster no hidrogenado con una Tg de 30°C a 50°C, además de 32°C a 48°C, además de 34°C a 46°C, además de 36°C a 44°C; o

v) una combinación de los mismos.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

i) un éster de glicerol parcialmente hidrogenado;

15 ii) un éster de pentaeritritol completamente hidrogenado;

iv) un éster no hidrogenado con una Tg de 30°C a 50°C, además de 32°C a 48°C, además de 34°C a 46°C, además de 36°C a 44°C; o

v) una combinación de los mismos.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

20 i) un éster de glicerol parcialmente hidrogenado;

ii) un éster de pentaeritritol completamente hidrogenado;

iii) un éster de glicerol completamente hidrogenado; o

v) una combinación de los mismos.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

25 i) un éster de glicerol parcialmente hidrogenado;

iii) un éster de glicerol completamente hidrogenado;

iv) un éster no hidrogenado con una Tg de 30°C a 50°C, además de 32°C a 48°C, además de 34°C a 46°C, además de 36°C a 44°C; o

v) una combinación de los mismos.

30 En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

i) un éster de glicerol parcialmente hidrogenado;

ii) un éster de pentaeritritol completamente hidrogenado; o

v) una combinación de los mismos.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

35 ii) un éster de pentaeritritol completamente hidrogenado;

iii) un éster de glicerol completamente hidrogenado; o

v) una combinación de los mismos.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

i) un éster de glicerol parcialmente hidrogenado;

iii) un éster de glicerol completamente hidrogenado; o

v) una combinación de los mismos.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

i) un éster de glicerol parcialmente hidrogenado;

5 iv) un éster no hidrogenado con una Tg de 30°C a 50°C, además de 32°C a 48°C, además de 34°C a 46°C, además de 36°C a 44°C; o

v) una combinación de los mismos.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

ii) un éster de pentaeritritol completamente hidrogenado;

10 iv) un éster no hidrogenado con una Tg de 30°C a 50°C, además de 32°C a 48°C, además de 34°C a 46°C, además de 36°C a 44°C; o

v) una combinación de los mismos.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

iii) un éster de glicerol completamente hidrogenado;

15 iv) un éster no hidrogenado con una Tg de 30°C a 50°C, además de 32°C a 48°C, además de 34°C a 46°C, además de 36°C a 44°C; o

v) una combinación de los mismos.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de i) un éster de glicerol parcialmente hidrogenado.

20 En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de ii) un éster de pentaeritritol completamente hidrogenado.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de iii) un éster de glicerol completamente hidrogenado.

En una realización, el agente de pegajosidad se selecciona de iv) un éster no hidrogenado con una Tg de 30°C a 50°C, además de 32°C a 48°C, además de 34°C a 46°C, además de 36°C a 44 ° C.

25 El agente de pegajosidad del componente B puede comprender una combinación de dos o más realizaciones descritas en la presente memoria.

En una realización, la relación en peso del componente A al componente B (A/B) es de 0,50 a 2,00, además de 0,70 a 1,80, y además de 0,80 a 1,60.

30 En una realización, la composición comprende ≥ 70 por ciento en peso, adicionalmente ≥ 72 por ciento en peso, y además ≥ 75 por ciento en peso, del peso total del componente A y componente B, basado en el peso de la composición.

En una realización, la composición tiene una viscosidad en estado fundido (a 177°C) de 100 a 2000 mPa.s, además de 200 a 1500 mPa.s, además de 300 a 1000 mPa.s.

En una realización, el componente A está presente en una cantidad de 30 a 60 por ciento en peso, basado en el peso de la composición.

35 En una realización, la composición comprende menos de 1000 ppm, y además menos de 500 ppm de un copolímero de acrilato de alquilo, basado en el peso de la composición.

En una realización, la composición no comprende un copolímero de acrilato de alquilo.

En una realización, la composición comprende menos de 1000 ppm, y además menos de 500 ppm de un polímero basado en propileno, basado en el peso de la composición.

40 En una realización, la composición no comprende un polímero basado en propileno.

En una realización, el componente A es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico, y además un copolímero de etileno/ α -olefina injertado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Las α -olefinas preferidas incluyen, pero no se limitan a, α -olefinas C3-C20, y preferiblemente α -olefinas C3-C10. Las α -olefinas más preferidas incluyen propileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno y 1-octeno, y más preferiblemente incluyen

propileno, 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno.

5 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una densidad mayor o igual a 0,857 g/cc, adicionalmente superior o igual a 0,860 g/cc, se añade superior o igual a 0,865 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

10 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una densidad inferior o igual a 0,892 g/cc, adicionalmente inferior o igual a 0,890 g/cc, y adicionalmente menor que o igual a 0,885 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

15 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una densidad de 0,855 g/cc a 0,890 g/cc, además de 0,855 g/cc a 0,885 g/cc, y además de 0,855 g/cc a 0,880 g/cc (1 cc = 1 cm³). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

20 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una densidad de 0,857 g/cc a 0,892 g/cc, además de 0,860 g/cc a 0,890 g/cc, y además de 0,865 g/cc a 0,885 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

Si la densidad del componente A es superior a 0,895 g/cc, se reduce la adhesión de la composición final debido a la mayor rigidez del polímero.

25 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A comprende más que o igual a 0,5 por ciento en peso, además superior o igual a 0,7 por ciento en peso, además superior a, o igual a 0,9 por ciento en peso de la funcionalidad de anhídrido y/o ácido carboxílico, basado en el peso del polímero. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

30 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A comprende de 0,9 a 1,5 por ciento en peso, además de 0,9 a 1,4 por ciento en peso, además de 0,9 a 1,3 por ciento en peso de la funcionalidad de anhídrido y/o carboxílico, basado en el peso del polímero. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

35 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una viscosidad en estado fundido inferior a o igual a 40.000 cP, además inferior a o igual a 30.000 cP, además inferior a, o igual a 20.000 cP, y además inferior a o igual a 15.000 cP, a 350 ° F (177°C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

40 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una viscosidad en estado fundido mayor que o igual a 2.000 cP, superior a o igual a 3.000 cP, además superior a o igual a 4.000 cP, y además superior a o igual a 5.000 cP, a 350°F (177°C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

45 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una viscosidad en estado fundido de 2.000 cP a 50.000 cP, además de 3.000 cP a 40.000 cP, además de 4.000 cP a 30.000 cP, a 350°F (177°C), y además de 5.000 cP a 20.000 cP, a 350°F (177°C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

50 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una distribución del peso molecular (Mw/Mn) inferior a o igual a 5,0, además inferior a o igual a 4,0, inferior o igual a 3,0. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.

55 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una distribución del peso molecular (Mw/Mn) inferior a o igual a 5,0, además inferior a o igual a 4,0, inferior o igual a 3,0. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.

carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) superior a o igual a 1,5, superior a o igual a 2,0, y además superior a o igual a 2,5. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una distribución del peso molecular (MWD) de 1,5 a 5,0, además de 2,0 a 4,0, además de 2,2 a 3,0. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene un peso molecular promedio (Mw) inferior a o igual a 50.000 g/mol, aún además inferior a o igual a 40.000 g/mol, además inferior a o igual a 30.000 g/mol. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene un peso molecular medio en peso (Mw) superior a o igual a 2000 g/mol, además superior a o igual a, 3000 g/mol, además superior a o igual a 4000 g/mol. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene un índice de fusión (I2), o índice de fusión calculado (I2), superior a o igual a 300 g/10 min, además superior a o igual a 400 g/10 min, y además superior a o igual a 500 g/10 min. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene un índice de fusión (I2), o un índice de fusión (I2) calculado, inferior a o igual a 1500 g/10 min, además inferior a o igual a 1200 g/10 min, y además inferior a o igual a 1000 g/10 min. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene un porcentaje de cristalinidad inferior a o igual a 40 por ciento, inferior a o igual a 35 por ciento, además inferior a, o igual a, 30 por ciento, además inferior a, o igual a, 25 por ciento, y además inferior a o igual a, 20 por ciento, como se determina por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene un porcentaje de cristalinidad superior a o igual a 2 por ciento, además superior a o igual a 5 por ciento y, además, superior a o igual a 10 por ciento, según lo determinado por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Algunas α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

Los copolímeros funcionalizados adecuados incluyen copolímeros injertados con MAH (por ejemplo, AFFINITY GA 1000R Poliolefina Plastómeros, disponible en The Dow Chemical Company).

Un interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

Un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

En una realización, la composición comprende además el componente C), un interpolímero de etileno/ α -olefina, y además un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas preferidas incluyen, pero no se limitan a, α -olefinas C3-C20, y preferiblemente α -olefinas C3-C10. Las α -olefinas más preferidas incluyen propileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno y 1-octeno, y más preferiblemente incluyen propileno, 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene una viscosidad en estado fundido menor que o igual a 40.000 cP, inferior a o igual a 30.000 cP, además menor que, o igual a 20.000 cP, y además menor que o igual a 10.000 cP, a 350°F (177°C). Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

- 5 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene una viscosidad en estado fundido superior a o igual a 2.000 cP, además superior a o igual a 3.000 cP, además superior a o igual a 4.000 cP, y además superior a o igual a 5.000 cP, a 350°F (177°C). Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

- 10 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene una viscosidad en estado fundido de 2.000 cP a 40.000 cP, además de 3.000 cP a 30.000 cP, además de 4.000 cP a 20.000 cP, a 350°F (177°C), y además de 5.000 cP a 10.000 cP, a 350°F (177°C). Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

- 15 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) inferior a o igual a 3,5, inferior a o igual a 3,0, adicionalmente menor que, o igual a 2,5, y además inferior o igual a 2,3. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

- 20 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) superior a o igual a 1,1, además superior a o igual a 1,3, además superior a o igual a 1,5, y además superior a o igual a 1,7. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene una distribución de peso molecular promedio (Mw) inferior a o igual a 40.000 g/mol, además menor que o igual a, 30.000 g/mol, inferior a o igual a 25.000 g/mol. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

- 25 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene una distribución de peso molecular promedio (Mw) superior a o igual a 2000 g/mol, además superior a o igual a, 3000 g/mol, además superior a o igual a 4000 g/mol. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

- 30 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y el copolímero adicional del componente C, tiene un índice de fusión (I2 o MI), o índice de fusión calculado (I2 o MI), superior a o igual a 400 g/10 min, además superior a o igual a 600 g/10 min, y además superior a o igual a 800 g/10 min. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene un índice de fusión (I2 o MI), o índice de fusión calculado (I2 o MI) menor que o igual a 2000 g/10 min, además inferior a o igual a 1500 g/10 min, y además menor que o igual a 1200 g/10 min. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

- 35 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene un porcentaje de cristalinidad inferior a o igual a 40 por ciento, además inferior a o igual a 30 por ciento, e inferior a, o igual a, 20 por ciento, según lo determinado por DSC. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

- 40 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene un porcentaje de cristalinidad superior a o igual a 2 por ciento, superior a o igual a 5 por ciento, y además mayor que, o igual a, 10 por ciento, según lo determinado por DSC. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene una densidad mayor que, o igual a, 0,855 g/cc, además superior a o igual a 0,860 g/cc, añádase además superior a o igual a 0,865 g/cc. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

- 45 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene una densidad menor que, o igual a, 0,900 g/cc, además menor que o igual a 0,895 g/cc, además menor que o igual a 0,890 g/cc, y menor que o igual a 0,885 g/cc. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

- 50 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, y otro copolímero, del componente C, tiene una densidad de 0,855 g/cm³ a 0,900 g/cm³, además de 0,860 g/cm³ a 0,895 g/cm³, y además de 0,865 g/cm³ a 0,890 g/cm³. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina del componente C es un interpolímero lineal homogéneamente ramificado, y además un copolímero, o un interpolímero homogéneo ramificado sustancialmente lineal, y además un copolímero. Las α -olefinas preferidas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina del componente C es un interpolímero lineal

homogéneamente ramificado, además un copolímero.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina del componente C es un interpolímero homogéneo ramificado sustancialmente lineal, además un copolímero.

5 Algunos ejemplos de copolímeros de etileno/ α -olefina incluyen AFFINITY GA Polyolefin Plastomers, disponible en The Dow Chemical Company, y LIOCENE Performance Polymers de Clariant. Otros ejemplos de interpolímeros de etileno/ α -olefina, adecuados para la invención, incluyen los polímeros de etileno de peso molecular ultra bajo descritos en las patentes de EE.UU. Nos. 6,335,410, 6,054,544 y 6,723,810.

10 En una realización, la composición comprende menos de, o igual a, 40 por ciento en peso, además menos de, o igual a, 30 por ciento en peso, además menos de o igual a 20 por ciento en peso de componente C, basado en el peso de la suma de los componentes A y C.

En una realización, la composición comprende más de, o igual a, 2 por ciento en peso, adicionalmente superior a o igual a 5, adicionalmente superior a o igual a 10 por ciento en peso de componente C, basado en el peso de la suma de los componentes A y C.

15 En una realización, la composición comprende menos de, o igual a, 30 por ciento en peso, además menos de, o igual a, 25, además inferior a o igual a 20 por ciento en peso de componente C, basado en el peso de la composición.

En una realización, la composición comprende más de, o igual a, 1 por ciento en peso, adicionalmente superior a o igual a 2, adicionalmente superior a o igual a 5 por ciento en peso de componente C, basado en el peso de la composición.

20 Un interpolímero de etileno/ α -olefina del componente C puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

Un copolímero de etileno/ α -olefina del componente C puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

25 Una composición de la invención puede comprender una combinación de dos o más realizaciones descritas en la presente memoria.

El interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A puede comprender una combinación de dos o más realizaciones descritas en la presente memoria.

El agente de pegajosidad del componente B puede comprender una combinación de dos o más realizaciones descritas en la presente memoria.

30 La invención también proporciona un artículo que comprende al menos un componente formado a partir de una composición de la invención.

En una realización, el artículo comprende además un sustrato.

En una realización, el sustrato se selecciona del grupo que consiste en lo siguiente: un sustrato revestido, un papel reciclado y combinaciones de los mismos.

35 En una realización, el sustrato se selecciona del grupo que consiste en lo siguiente: un Kraft o cartón revestido con cera, un Kraft o cartón revestido con polietileno, un Kraft o cartón laminado con película BOPP, un Kraft o cartón laminado con película de polipropileno (PP), un Kraft o cartón laminado con película de PET, un Kraft o cartón revestido con arcilla, un Kraft o cartón revestido con laca, y combinaciones de los mismos.

En una realización adicional, el sustrato se selecciona del grupo que consiste en lo siguiente:

- 40 (1) Kraft o cartón revestido con cera,
 (2) Kraft o cartón revestido con polietileno,
 (3) Kraft o cartón laminado con película BOPP,
 (4) Kraft o cartón laminado con película de polipropileno (PP),
 (5) Kraft o cartón laminado con película de PET,
 45 (6) Kraft o cartón revestido con arcilla,
 (7) Kraft o cartón revestido con laca, y

(8) Combinaciones de los mismos (por ejemplo, (1) seguido de (2) o (1) o (4)).

Un artículo de la invención puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

- 5 Se ha descubierto que las composiciones de la invención tienen una excelente resistencia al calor y flexibilidad a temperatura ambiente y baja temperatura (-17°C). También se ha descubierto que las composiciones de la invención proporcionan un mejor rendimiento adhesivo total, especialmente para la unión a un amplio intervalo de temperaturas (de congelador a microondas) y flexibilidad, en comparación con adhesivos convencionales basados en EVA y poliolefina o polímero a base de olefina.

Interpolímeros de etileno/ α -olefina (polímeros de base para el componente A)

- 10 El polímero de base utilizado para formar el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un interpolímero de etileno/ α -olefina. Las siguientes realizaciones también pueden aplicarse al interpolímero de etileno/ α -olefina del componente C.

- 15 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina, es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas preferidas incluyen, pero no se limitan a, α -olefinas C3-C20, y otras α -olefinas C3-C10. Las α -olefinas más preferidas incluyen propileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno y 1-octeno, y además incluyen propileno, 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno.

- 20 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina tiene una viscosidad en estado fundido menor que o igual a 50.000 cP, menor que o igual a 40.000 cP, y además menor que o igual a 30.000 cP, a 350°F (177°C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina tiene una viscosidad en estado fundido mayor que o igual a 2.000 cP, superior a o igual a 4.000 cP, además superior a o igual a 5.000 cP, a 350°F (177°C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

- 25 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina tiene una viscosidad en estado fundido de 2.000 cP a 20.000 cP, además de 4.000 cP a 16.000 cP, y además de 5.000 cP a 10.000 cP, a 350°F (177°C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

- 30 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) inferior a o igual a 5,0, y además inferior a o igual a 4,0, y además inferior a o igual a, 3,0. Además, los interpolímeros de etileno/ α -olefina tienen una distribución del peso molecular de 1,1 a 3,5, y además de 1,1 a 3,0, y además de 1,1 a 2,5. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

- 35 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina tiene un índice de fusión (I2 o MI), o índice de fusión calculado (I2 o MI), superior a o igual a 500 g/10 min, superior a o igual a, 800 g/10 min, y además superior a o igual a 1000 g/10 min. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

- 40 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina tiene un índice de fusión (I2 o MI), o índice de fusión calculado (I2 o MI), inferior a o igual a 2500 g/10 min, inferior a o igual a, 2000 g/10 min, y además inferior a o igual a 1500 g/10 min. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

- 45 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina tiene un porcentaje de cristalinidad inferior a o igual a 40 por ciento, además inferior a o igual a 30 por ciento, y además inferior a o igual a 20 por ciento, como se ha determinado por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina tiene un porcentaje de cristalinidad superior a o igual a 2 por ciento, además superior a o igual a 5 por ciento, y además superior a o igual a 10 por ciento, tal como se ha determinado por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

- 50 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina tiene un porcentaje de cristalinidad del 2 al 30 por ciento, además del 5 al 25 por ciento, y además del 10 al 20 por ciento, según se determina por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina tiene una densidad superior a o igual a 0,855 g/cc, además superior a o igual a 0,860 g/cc, además superior a o igual a 0,865 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

- 5 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina tiene una densidad inferior a o igual a 0,895 g/cc, inferior a o igual a 0,890 g/cc, además inferior a o igual a 0,880 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

- 10 En una realización, los interpolímeros de etileno/ α -olefina tienen una densidad de 0,855 g/cm³ a 0,890 g/cm³, y además de 0,860 g/cm³ a 0,885 g/cm³, y además de 0,865 g/cm³ a 0,880 g/cm³. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un copolímero de etileno/ α -olefina. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

Algunos ejemplos de copolímeros de etileno/ α -olefina incluyen AFFINITY GA Polyolefin Plastomers, disponible en The Dow Chemical Company, y LICOENE Performance Polymers de Clariant. Otros ejemplos de polímeros de etileno/ α -olefina adecuados para la invención incluyen los polímeros de etileno de peso molecular ultra bajo descritos en las patentes de EE.UU. Nos. 6,335,410, 6,054,544 y 6,723,810.

- 15 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un interpolímero lineal homogéneamente ramificado, y además un copolímero, o un interpolímero homogéneo ramificado sustancialmente lineal, y además un copolímero. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un interpolímero lineal homogéneamente ramificado y además un copolímero. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

- 20 En una realización, el interpolímero de etileno/ α -olefina es un interpolímero homogéneo ramificado sustancialmente lineal, y además un copolímero. Las α -olefinas adecuadas se han discutido anteriormente.

- 25 Los términos "homogéneo" y "ramificado homogéneamente" se utilizan en referencia a un interpolímero de etileno/ α -olefina, en el que el comonomero de α -olefina está distribuido aleatoriamente dentro de una molécula de polímero dada, y todas las moléculas de polímero tienen la misma o sustancialmente la misma relación de comonomero a etileno.

- 30 Los interpolímeros de etileno lineales homogéneamente ramificados son polímeros a base de etileno, que carecen de cantidades medibles de ramificación de cadena larga, pero tienen ramificaciones de cadena corta, derivadas del comonomero polimerizado en el interpolímero, y que están distribuidas homogéneamente, tanto dentro de la misma cadena de polímero, como entre diferentes cadenas poliméricas. Estos interpolímeros de etileno/ α -olefina tienen un "cadena principal" polimérica lineal, no hay ramificación medible de cadena larga y una distribución de peso molecular estrecha. Esta clase de polímeros se describe, por ejemplo, por Elston en la patente de EE.UU. No. 3,645,992, y se han desarrollado procesos subsiguientes para producir tales polímeros, utilizando catalizadores de bis-metaloceno, como se muestra, por ejemplo, en los documentos de patente EP 0 129 368; EP 0 260 999; patente de EE.UU. No. 4,701,432; patente de EE.UU. No. 4,937,301; patente de EE.UU. No. 4,935,397; patente de EE.UU. No. 5,055,438; y documento de patente WO 90/07526.

- 35 Como se ha comentado, los interpolímeros de etileno lineales homogéneamente ramificados carecen de ramificación de cadena larga, al igual que en el caso de los polímeros lineales de polietileno de baja densidad o polímeros lineales de polietileno de alta densidad. Ejemplos comerciales de interpolímeros de etileno/ α -olefina lineales homogéneamente ramificados incluyen polímeros TAFMER de Mitsui Chemical Company y polímeros EXACT y EXCEED de ExxonMobil Chemical Company.

- 40 Los interpolímeros de etileno/ α -olefina sustancialmente lineales homogéneamente ramificados se describen en las patentes de EE.UU. Nos. 5,272,236; 5,278,272; 6,054,544; 6,335,410 y 6,723,810. Los interpolímeros de etileno/ α -olefina sustancialmente lineales tienen ramificación de cadena larga. Las ramas de cadena larga tienen la misma distribución de comonomero que la cadena principal del polímero, y pueden tener aproximadamente la misma longitud que la longitud de la cadena principal del polímero. "Sustancialmente lineal", típicamente, se refiere a un polímero que está sustituido, en promedio, con de "0,01 ramificaciones de cadena larga por 1000 átomos de carbono totales" a "3 ramificaciones de cadena larga por 1000 átomos de carbono totales". La longitud de una rama de cadena larga es más larga que la longitud de carbono de una rama de cadena corta, formada a partir de la incorporación de un comonomero en la cadena principal del polímero.

- 45 Algunos polímeros pueden estar sustituidos con de "0,01 ramificaciones de cadena larga por 1000 carbonos totales" a "3 ramificaciones de cadena larga por 1000 átomos de carbono totales", además de "0,01 ramificaciones de cadena larga por 1000 átomos de carbono totales" a "2 ramificaciones de cadena larga por 1000 átomos de carbono totales", y además de "0,01 ramificaciones de cadena larga por 1000 átomos de carbono totales" a "1 ramificación de cadena larga por 1000 átomos de carbono totales."

- 55 Los interpolímeros de etileno/ α -olefina sustancialmente lineales forman una clase única de polímeros basados en etileno ramificados homogéneamente. Se diferencian sustancialmente de la clase bien conocida de interpolímeros

de etileno/ α -olefina lineales, homogéneamente ramificados convencionales, como se ha discutido anteriormente, y, además, no están en la misma clase que los polímeros de etileno lineal polimerizados por catalizador "Ziegler-Natta" heterogéneos convencionales (por ejemplo, polietileno de densidad ultra baja (ULDPE), polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) o polietileno de alta densidad (HDPE), realizados, por ejemplo, utilizando la técnica descrita por Anderson et al., en la patente de EE.UU. 4,076,698); ni están en la misma clase que polietilenos altamente ramificados, iniciados por radicales libres, a alta presión, tales como, por ejemplo, polietileno de baja densidad (LDPE), copolímeros de etileno-ácido acrílico (EAA) y copolímeros de etileno-acetato de vinilo (EVA).

Los interpolímeros de etileno/ α -olefina sustancialmente lineales homogéneamente ramificados útiles en la invención tienen una excelente procesabilidad, a pesar de que tienen una distribución de peso molecular relativamente estrecha. Sorprendentemente, la relación de flujo de fusión (I_{10}/I_2), de acuerdo con ASTM D 1238, de los interpolímeros de etileno sustancialmente lineales puede variarse ampliamente, y ser esencialmente independientemente de la distribución de peso molecular (M_w/M_n o MWD). Este comportamiento sorprendente es contrario al de los interpolímeros de etileno lineales homogéneamente ramificados convencionales, tales como los descritos, por ejemplo, por Elston en el documento de patente U.S. 3,645,992, e interpolímeros de polietileno lineales, polimerizados por Ziegler-Natta convencionales, heterogéneamente ramificados, tales como los descritos, por ejemplo, por Anderson et al., en el documento de patente U.S. 4,076,698. A diferencia de los interpolímeros de etileno sustancialmente lineales, los interpolímeros lineales de etileno (ya sean homogénea o heterogéneamente ramificados) tienen propiedades reológicas, de manera que, a medida que aumenta la distribución del peso molecular, el valor I_{10}/I_2 también aumenta.

La ramificación de cadena larga se puede determinar usando espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN) de ^{13}C , y se puede cuantificar usando el método de Randall (Rev. Macromol. Chem. Phys., C29 (2 & 3), 1989, págs. 285-297), cuya descripción se incorpora aquí como referencia. Otros dos métodos son cromatografía de permeación de gel, acoplada con un detector de dispersión de luz láser de ángulo bajo (GPC/LALLS), y cromatografía de permeación de gel, acoplada con un detector de viscosidad diferencial (GPC-DV). El uso de estas técnicas para la detección de ramas de cadena larga, y las teorías subyacentes, han sido bien documentados en la literatura. Véase, por ejemplo, Zimm, B.H. y Stockmayer, W.H., J. Chem. Phys., 17, 1301 (1949).; y Rudin, A., Modern Methods of Polymer Characterization, John Wiley & Sons, Nueva York (1991), pp. 103-112.

En contraste con "polímero de etileno sustancialmente lineal", "polímero de etileno lineal" significa que el polímero carece de ramas de cadena larga medibles o demostrables, es decir, el polímero está sustituido con un promedio de menos de 0,01 ramas de cadena larga por 1000 átomos de carbono totales.

El interpolímero de etileno/ α -olefina puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

El copolímero de etileno/ α -olefina puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

Aditivos y aplicaciones

Típicamente, los polímeros usados en la invención se tratan con uno o más estabilizantes, por ejemplo, antioxidantes, tales como, por ejemplo, IRGANOX 1010, IRGANOX 1076 e IRGAFOS 168, suministrado ahora por BASF. Los polímeros se tratan típicamente con uno o más estabilizantes antes de una extrusión u otros procesos de fusión. Otros aditivos poliméricos incluyen, pero no se limitan a, absorbentes de luz ultravioleta, agentes antiestáticos, pigmentos y colorantes, agentes de nucleación, cargas, agentes de deslizamiento, retardantes de fuego, plastificantes, auxiliares de procesamiento, lubricantes, estabilizadores, inhibidores de humo, agentes de control de viscosidad y agentes antiadherentes. Las composiciones de la invención pueden contener también uno o más polímeros termoplásticos.

Las composiciones de la invención pueden comprender además un aceite. Los aceites se emplean típicamente para reducir la viscosidad del adhesivo. Cuando se emplean, los aceites estarán típicamente presentes en una cantidad menor que 50 por ciento en peso, preferiblemente menor que 40 por ciento en peso y más preferiblemente menor que 35 por ciento en peso, basado en el peso de la composición. Las clases ejemplares de aceites incluyen, pero no se limitan a, aceite mineral blanco (tal como aceite KAYDOL disponible de Witco) y aceite nafténico SHELLFLEX 371 (disponible de Shell Oil Company) y CALSOL 5550 (aceite nafténico de Calumet Lubricants).

Las composiciones de la invención pueden comprender además una cera. Las ceras incluyen, pero no se limitan a, ceras de parafina, ceras microcristalinas, ceras de polietileno de alta densidad, de bajo peso molecular, ceras de polipropileno, ceras degradadas térmicamente, ceras de polietileno de subproducto, ceras Fischer-Tropsch, ceras Fischer-Tropsch oxidadas y ceras funcionalizadas, tales como ceras de hidroxí estearamida y ceras de amida grasa. Es común en la técnica utilizar la terminología "ceras sintéticas de punto de fusión elevado" para incluir ceras de polietileno de alta densidad, de bajo peso molecular, ceras de polietileno de subproducto y ceras de Fischer-Tropsch. Otras ceras también incluyen las descritas en las patentes de EE.UU. Nos. 6,335,410; 6,054,544 y 6,723,810. Las ceras preferidas incluyen, pero no se limitan a, ceras SASOL (por ejemplo, SASOLWAX H1 de Sasol Wax Company) y ceras Fischer-Tropsch.

En una realización, la composición comprende de 10 a 40 por ciento en peso, y además de 10 a 35 por ciento en peso, y además de 10 a 30 por ciento en peso de una cera, basado en el peso de la composición.

5 Las composiciones de la invención se pueden preparar mediante procedimientos estándar de mezclado en estado fundido. En particular, el polímero o mezcla injertada con anhídrido maleico, el/los agente(s) de pegajosidad y otros componentes se pueden mezclar en fusión, hasta que se obtiene una mezcla homogénea. Cualquier método de mezcla que produzca una mezcla homogénea, sin degradar los componentes adhesivos, es satisfactorio, tal como un recipiente equipado con un agitador, y un mecanismo de calentamiento opcional. Los adhesivos se pueden proporcionar en formas, tales como gránulos, almohadas, chiclets, arrastres, o cualquier otra configuración deseada.

10 Las composiciones de la invención también se pueden usar en una variedad de aplicaciones, incluyendo, pero sin limitarse a, sellado de carcasa y cartón, automoción, artes gráficas, no tejidos, ensamblaje de paneles, cintas de alto rendimiento, adhesivos termofusibles de contacto, recubrimientos de cartón, tintas, productos de cuidado y cosméticos, selladores, concentrados de color y aditivos, adhesivos para alfombras, adhesivos para madera y adhesivos para envolver perfiles.

Definiciones

15 A menos que se indique lo contrario, todos los métodos de ensayo están vigentes a partir de la fecha de presentación de esta divulgación.

El término "composición", tal como se utiliza en la presente memoria, incluye una mezcla de materiales que comprenden la composición, así como productos de reacción y productos de descomposición formados a partir de los materiales de la composición.

20 El término "polímero", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a un compuesto polimérico preparado por polimerización de monómeros, ya sean del mismo tipo o de un tipo diferente. El término genérico polímero abarca así el término homopolímero (empleado para referirse a polímeros preparados a partir de un solo tipo de monómero, entendiendo que se pueden incorporar trazas de impurezas en la estructura polimérica), y el término interpolímero como se define a continuación. Pueden incorporarse cantidades de trazas de impurezas, por ejemplo, 25 residuos de catalizador en y/o dentro del polímero.

El término "interpolímero", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a polímeros preparados por la polimerización de al menos dos tipos diferentes de monómeros. El término genérico interpolímero incluye así copolímeros (empleados para referirse a polímeros preparados a partir de dos tipos diferentes de monómeros) y polímeros preparados a partir de más de dos tipos diferentes de monómeros.

30 El término "polímero basado en olefina", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a un polímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero olefínico, por ejemplo etileno o propileno (basado en el peso del polímero) y opcionalmente puede comprender uno o más comonómeros.

35 El término "polímero basado en etileno", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a un polímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de etileno (basado en el peso del polímero) y opcionalmente puede comprender uno o más comonómeros.

El término "interpolímero de etileno/ α -olefina", tal como se usa en la presente memoria, se refiere a un interpolímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de etileno (basado en el peso del interpolímero) y al menos una α -olefina.

40 El término "copolímero de etileno/ α -olefina", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a un copolímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de etileno (basado en el peso del copolímero) y una α -olefina, como los únicos dos tipos de monómeros.

El término "polímero basado en propileno", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a un polímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de propileno (basado en el peso del polímero) y opcionalmente puede comprender uno o más comonómeros.

45 El término "totalmente hidrogenado", como se usa en la presente memoria, se refiere a un nivel de hidrogenación mayor que 90%. El término "parcialmente hidrogenado", como se usa en la presente memoria, se refiere a un nivel de hidrogenación de 50% a 90%. El término "no hidrogenado", como se usa en la presente memoria, se refiere a un nivel de hidrogenación inferior al 50%. El nivel de hidrogenación puede ser determinado por los expertos en la técnica, por ejemplo, mediante RMN de protón (^1H).

50 Los términos "que comprende", "que incluye", "que tiene", y sus derivados, no pretenden excluir la presencia de ningún componente, etapa o procedimiento adicional, independientemente de que se divulgue o no específicamente. Para evitar cualquier duda, todas las composiciones reivindicadas mediante el uso del término "que comprende" pueden incluir cualquier aditivo, adyuvante o compuesto adicional, ya sea polimérico o de otro modo, a menos que se indique lo contrario. Por el contrario, el término "consistente esencialmente en" excluye del alcance de cualquier

recitación sucesiva cualquier otro componente, etapa o procedimiento, excepto aquellos que no son esenciales para la operatividad. El término "consistente en" excluye cualquier componente, paso o procedimiento no específicamente delimitado o enumerado.

MÉTODOS DE ENSAYO

5 *Viscosidad de fusión*

La viscosidad de fusión se mide de acuerdo con ASTM D 3236 (350°F), usando un viscosímetro Brookfield Digital (Modelo DV-III, versión 3) y cámaras de muestras de aluminio desechables. El husillo utilizado, en general, es un husillo de fusión en caliente SC-31, adecuado para medir viscosidades en el intervalo de 10 a 100.000 centipoises. La muestra (polímero o composición adhesiva) se vierte en la cámara, que a su vez se inserta en un Brookfield
10 Thermosel y se fija en su sitio. La cámara de muestras tiene una muesca en la parte inferior que se ajusta a la parte inferior de la Brookfield Thermosel, para asegurar que la cámara no se permite girar cuando el huso se inserta y gira. La muestra (aproximadamente 8-10 gramos de resina) se calienta a la temperatura requerida, hasta que la muestra fundida esté aproximadamente a una pulgada (2,54 cm) por debajo de la parte superior de la cámara de muestras. El aparato viscosímetro se baja y el husillo sumerge en la cámara de muestras. El descenso se continúa, hasta que
15 los soportes en el viscosímetro se alinean en el Thermosel. El viscosímetro se enciende y se pone a funcionar a una velocidad de cizallamiento, lo que conduce a una lectura de par en el intervalo de 40 a 60 por ciento de la capacidad de par total, en base a la salida de rpm del viscosímetro. Las lecturas se toman cada minuto durante unos 15 minutos, o hasta que los valores se estabilicen, momento en el que se registra una lectura final.

Índice de fusión

20 El índice de fusión (I2, o MI) de un polímero basado en etileno se mide de acuerdo con ASTM D-1238, condición 190°C/2,16 kg. Para polímeros de alto I2 (I2 mayor que, o igual a 200 g/mol, el índice de fusión se calcula preferiblemente a partir de la viscosidad Brookfield como se describe en las patentes de EE.UU. Nos. 6,335,410; 6,054,544; 6,723,810. $I_2 (190^\circ\text{C}/2,16 \text{ kg}) = 3,6126 [10^{(\log(\eta) - 6.6928)/-1.1363}] - 9.31851$, donde η = viscosidad en estado fundido, en cP, a 350°F (177°C).

25 *Resistencia al pelado y al cizallamiento*

La temperatura de fallo de adhesión de la separación (PAFT) y la temperatura de fallo de adherencia por cizallamiento (SAFT) de los adhesivos se ensayaron usando ASTM D-4498. Se colocaron cuatro muestras (dos para PAFT y dos para SAFT) en un horno programable, luego se añadieron a las muestras "pesos de 100 g" para PAFT y "pesos de 500 g" para SAFT. Las muestras de ensayo se equilibraron en un horno a 30°C, después se aumentó la
30 temperatura del horno a una velocidad de calentamiento de 0,5°C/min. Se registró el tiempo de fallo y se calculó la temperatura de fallo en consecuencia.

Se usaron dos láminas de papel Kraft de 15,24 cm x 30,48 cm (6 "x 12") para laminación. La hoja inferior tiene dos piezas de cinta adhesiva separadas por una separación de 2,54 cm (1"). El adhesivo se extendió por la varilla de vidrio inferior que se cubre con cinta adhesiva. La barra de vidrio superior proporciona compresión. Papel de silicona
35 en el extremo se utilizó para capturar el exceso de adhesivo. El enlace final se definió por las dos piezas de cinta adhesiva y fue de 2,54 cm (1") de ancho. El adhesivo fundido se calentó a 177°C y se vertió sobre la lámina inferior. Las barras de vidrio fueron rápidamente atravesadas para hacer la laminación. La lámina laminada se recortó y se cortó a lo ancho en tiras de 2,54 cm (1") de ancho. Estas tiras tenían un enlace de 2,54 cm x 2,54 cm ("1"x1") en el centro. Las muestras se acondicionaron durante 24 horas a temperatura ambiente y 54 por ciento de HR (Humedad Relativa). A continuación, las muestras se colocaron en el horno, con 100 g en un modo de pelado, y 500 g en un modo de cizallamiento. La temperatura del horno se aumentó a una velocidad de 30°C/h. Las muestras fueron colgadas de un interruptor que tropezó cuando las muestras fallaron, y el tiempo y la temperatura fueron registrados por un ordenador. Se probaron dos muestras para PAFT, y se registró la temperatura de fallo promedio. Se probaron dos muestras para SAFT y se registró la temperatura de fallo promedio.

45 *Estrés por calor*

La resistencia al estrés térmico se midió de acuerdo con el "Método de Ensayo Sugerido para Determinar la Resistencia al Estrés por Calor de Adhesivos de Fusión en Caliente", método T-3006, preparado por el Instituto de Profesiones de Envases (IoPP). Para preparar una muestra, se unieron dos probetas de cartón (cortadas con acanaladuras que funcionan en la dirección larga), con dimensiones de 2"x 3 - 3/16" y 2"x 5 - 1/2, aplicando 0,00014
50 lbs/in de adhesivo con un Olinger Bond Tester. El adhesivo se aplicó perpendicularmente a las acanaladuras, en el centro de la probeta más corta, y las probetas se unieron, de manera que el adhesivo se encontraba a 3/4" de un extremo de la probeta larga. Se realizaron seis repeticiones para cada formulación. Las muestras se cargaron en el soporte de muestras, con el extremo de la probeta corta alineado con el borde del soporte de muestras. Las muestras se mantuvieron en su sitio con la placa ancha asegurada por tuerca de mariposa. Se colocó un peso de
55 200 g a 10 cm (3,94") del enlace. El peso se aseguró colocando la clavija, sobre el peso, en un agujero hecho en la probeta larga. El soporte de muestras se colocó entonces en un horno de convección, a una temperatura establecida, durante 24 horas. Si al menos el 80% de los enlaces no fallan, se consideró que la muestra había superado la resistencia térmica a la temperatura de ensayo. Se varió la temperatura del horno hasta que se

determinó la máxima resistencia al estrés térmico. Todas las nuevas muestras de probeta ligadas se usaron para cada temperatura de ensayo (seis muestras para cada formulación y temperatura de ensayo).

Desgarramiento de fibras

El porcentaje de desgarramiento de fibras de cada muestra adhesiva se evaluó en cartón normal (cartón KRAFT) o en sustratos de difícil enlace (BOPP (Biaxially Oriented Polypropylene) laminado Kraft o cartón), a tres temperaturas diferentes: temperatura ambiente, -17°C y 60°C. Se registraron los resultados de desgarramiento de fibras en estos dos sustratos diferentes. El adhesivo se calentó a 350°F/177°C y se aplicó sobre el sustrato cortado en hojas rectangulares de 1 x 3 pulgadas (25 x 76 mm). El adhesivo a ensayar se aplicó, extendiéndose longitudinalmente, a aproximadamente una tira de "5 mm/0,2 pulgadas" de ancho, y se extrajo con una espátula o aplicador de fusión en caliente. Luego se aplicó una segunda tira en dos segundos y se mantuvo, con presión moderada, durante cinco segundos para laminar.

Los enlaces, acondicionados durante 24 horas a temperatura ambiente y 54% de HR, se separaron a continuación a las temperaturas de ensayo de temperatura ambiente, -17°C y 60°C. Cada enlace se probó inmediatamente, después de que el período de acondicionamiento terminó. El enlace se rompió al insertar la hoja de una espátula debajo de una esquina para doblar la esquina. El enlace se colocó entonces sobre una superficie horizontal, con el lado con la esquina plegada hacia arriba. Con el laminado mantenido lo más cerca posible de la fuente de calentamiento o enfriamiento, para mantener la temperatura de acondicionamiento, la esquina plegada se tira manualmente tan rápidamente como sea posible, aproximadamente a un ángulo de 45 a 90 grados, con relación a la longitud de cada lámina, para romper el enlace adhesivo. Se estimó el porcentaje de fibra rasgada (desgarramiento de fibra o FT) en incrementos del 25 por ciento; es decir, 0 por ciento, 25 por ciento, 50 por ciento, 75 por ciento y 100 por ciento. A menos que se indique lo contrario, el ensayo FT se repite normalmente en cinco muestras repetidas, y se informa del promedio de estas cinco muestras.

Cromatografía de exclusión molecular

Los pesos moleculares medios y las distribuciones de peso molecular para los polímeros basados en etileno se determinan con un sistema cromatográfico, que consta de un Polymer Laboratories Model PL-210 o un Polymer Laboratories Model PL-220. Los compartimientos de columna y carrusel funcionan a 140°C para polímeros a base de etileno. Las columnas son tres columnas de Polymer Laboratories, de 10 micras, Mixed-B. El disolvente es 1,2,4-triclorobenceno. Las muestras se preparan a una concentración de 0,1 gramos de polímero en 50 mililitros de disolvente. El disolvente utilizado para preparar las muestras contiene 200 ppm de hidroxitolueno butilado (BHT). Las muestras se preparan agitando ligeramente, durante dos horas, a 160°C. El volumen de inyección es 100 microlitros, y el caudal es de 1,0 mililitros/minuto. La calibración del conjunto de columnas GPC se realiza con estándares de poliestireno de distribución estrecha de peso molecular, adquiridos a Polymer Laboratories (RU). Los pesos moleculares de pico del estándar de poliestireno se convierten en pesos moleculares de polietileno usando la siguiente ecuación (como se describe en Williams y Ward, J. Polym. Sci., Polym. Let., 6, 621 (1968)):

$$M_{\text{polyethylene}} = A \times (M_{\text{polystyrene}})^B,$$

donde M es el peso molecular, A tiene un valor de 0,4315 y B es igual a 1,0. Los cálculos de peso molecular equivalente de polietileno se realizaron usando el software VISCOTEK TriSEC, Versión 3.0. Los pesos moleculares para los polímeros basados en propileno se pueden determinar usando las relaciones de Mark-Houwink de acuerdo con ASTM D6474.9714-1, donde para poliestireno $a = 0.702$ y $\log K = -3.9$, y para polipropileno, $a = 0.725$ y $\log K = -3.721$. Para muestras poliméricas basadas en propileno, los compartimientos de columna y carrusel funcionan a 160°C.

Calorimetría diferencial de barrido (DSC) para polímeros

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) se utiliza para medir la cristalinidad en muestras de polímero a base de etileno (PE) y de polímeros basados en propileno (PP). Se pesan de unos cinco a ocho miligramos de muestra y se colocan en una bandeja para DSC. La tapa es engarzada en la bandeja para asegurar una atmósfera cerrada. La bandeja de muestras se coloca en una celda para DSC y luego se calienta a una velocidad de aproximadamente 10°C/min, a una temperatura de 180°C para PE (230°C para PP). La muestra se mantiene a esta temperatura durante tres minutos. A continuación, la muestra se enfría a una velocidad de 10°C/min a -60°C para PE (-40°C para PP) y se mantiene isotérmicamente a esa temperatura durante tres minutos. La muestra se calienta a continuación a una velocidad de 10°C/min, hasta la fusión completa (segundo calentamiento). El porcentaje de cristalinidad se calcula dividiendo el calor de fusión (H_f), determinado a partir de la segunda curva de calentamiento, mediante un calor teórico de fusión de 292 J/g para PE (165 J/g, para PP), y multiplicando esta cantidad por 100 (por ejemplo, para PE, % de cristalinidad = $(H_f/292 \text{ J/g}) \times 100$; y para PP, % de cristales = $(H_f/165 \text{ J/g}) \times 100$).

A menos que se indique lo contrario, los puntos de fusión (T_m) y la temperatura de transición vítrea (T_g) de cada polímero se determina a partir de la segunda curva de calentamiento obtenida a partir de DSC, como se ha descrito anteriormente. La temperatura de cristalización (T_c) se mide a partir de la primera curva de enfriamiento.

Calorimetría diferencial de barrido (DSC) para resinas de agentes de pegajosidad

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) se usa para medir la temperatura de transición vítrea (Tg) para cada resina de agente de pegajosidad. Para esta medición se empleó un instrumento DSC Q2000. Se pesan de unos cinco a ocho miligramos de muestra y se colocan en una bandeja para DSC. La tapa es engarzada en la bandeja para asegurar una atmósfera cerrada. La bandeja de muestras se coloca en una celda para DSC, y se equilibra a -20°C, luego se calienta, a una velocidad de aproximadamente 10°C/min, a una temperatura de 100°C. La muestra se mantiene a esta temperatura durante tres minutos. A continuación, la muestra se enfría a una velocidad de 10°C/min a -20°C, y se mantiene isotérmicamente a esa temperatura durante tres minutos. La muestra se calienta a continuación a una velocidad de 10°C/min, a una temperatura de 100°C (segundo calentamiento). La temperatura de transición vítrea (Tg) de la resina pegajosa se determina a partir de la segunda curva de calentamiento.

Densidad

La densidad se mide de acuerdo con ASTM D-792. La densidad medida es una "densidad rápida", lo que significa que la densidad se determina después de una hora desde el momento del moldeo. Las muestras de ensayo se moldean por compresión a una temperatura de 20°C más alta que el punto de fusión del polímero ya una presión de 10 MPa durante cinco minutos (dimensiones de la muestra moldeada: 50 cm² x 1-2 mm).

Análisis de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) - Contenido de anhídrido maleico.

La concentración de anhídrido maleico se determina por la relación de las alturas de los picos del anhídrido maleico con número de onda 1791 cm⁻¹ y el pico de referencia del polímero, que, en el caso del polietileno, tiene un número de onda de 2019 cm⁻¹. El contenido de anhídrido maleico se calcula multiplicando esta relación con la constante de calibración apropiada. La ecuación utilizada para las poliolefinas injertadas con maleico (con el pico de referencia para el polietileno) tiene la siguiente forma, como se muestra en la Ecuación 1.

$$\text{MAH (wt\%)} = A * \left\{ \frac{[\text{FTIR PeakArea@ 1791 cm}^{-1}]}{[\text{FTIR PeakArea 2019 cm}^{-1}]} + B * \frac{[\text{FTIR PeakArea@ 1712 cm}^{-1}]}{[\text{FTIR PeakArea@ 2019 cm}^{-1}]} \right\} \quad (\text{Eqn. 1})$$

La constante de calibración A se puede determinar utilizando los patrones de RMN de C13. La constante de calibración real puede variar ligeramente, dependiendo del instrumento y del polímero. El segundo componente con número de onda 1712 cm⁻¹ explica la presencia de ácido maleico, que es insignificante para el material recién injertado. Sin embargo, con el tiempo, el anhídrido maleico se convierte fácilmente en ácido maleico en presencia de humedad. Dependiendo del área de la superficie, la hidrólisis significativa puede ocurrir en pocos días bajo condiciones ambientales. El ácido tiene un pico distinto en el número de onda 1712 cm⁻¹. La constante B en la ecuación 1 es una corrección para la diferencia en los coeficientes de extinción entre el anhídrido y los grupos ácidos.

El procedimiento de preparación de la muestra comienza haciendo una presión, típicamente de 0,05 a 0,15 milímetros de espesor, en una prensa calentada, entre dos películas protectoras, a 150-180°C durante una hora. MYLAR y TEFLON son películas protectoras adecuadas para proteger la muestra de los rodillos. Nunca se debe utilizar papel de aluminio (el anhídrido maleico reacciona con el aluminio). Los rodillos deben estar bajo presión (~ 10 ton) durante unos cinco minutos. La muestra se deja enfriar a temperatura ambiente, se coloca en un soporte de muestras apropiado y después se escanea en el FTIR. Se debe ejecutar una exploración de fondo antes de cada exploración de muestra, o según sea necesario. La precisión del ensayo es buena, con una variabilidad inherente inferior a ± 5%. Las muestras deben almacenarse con desecante para evitar la hidrólisis excesiva. El contenido de humedad en el producto se ha medido hasta 0,1 por ciento en peso. Sin embargo, la conversión de anhídrido en ácido es reversible con la temperatura, pero puede tardar hasta una semana para su conversión completa. La mejor reversión se realiza en un horno de vacío a 150°C; se requiere un buen vacío (cerca de 30 pulgadas de Hg) (101,3 kPa). Si el vacío es menor que el adecuado, la muestra tiende a oxidarse, dando como resultado un pico de infrarrojo a aproximadamente 1740 cm⁻¹, lo que hará que los valores para el nivel de injerto sean demasiado bajos. El anhídrido maleico y el ácido están representados por picos a aproximadamente 1791 y 1712 cm⁻¹, respectivamente.

Flex Mandrel

El ensayo Flex Mandrel se completó de acuerdo con el método de ensayo de flexión de mandril (ASTM D3111-99). Las tiras reactivas eran tiras adhesivas de 1 cm de ancho por 1,5 mm de espesor, que estaban curvadas sobre un mandril (diámetros de 3 mm, 6 mm y 15 mm). El ensayo se repitió con un mandril de menor diámetro, hasta que el adhesivo falló al curvarse. La flexibilidad del adhesivo está indicada por el diámetro más pequeño, sobre el cual 4 de 5 especímenes no se rompieron. Los ensayos se realizaron a diversas temperaturas. Los resultados en cada diámetro de mandril pueden ser reportados como el porcentaje de tiras reactivas que no fallaron.

DMTA

El DMTA se midió usando RSA III, TA Instruments (se usó una muestra de 5-8 mg). La temperatura se incrementó

de -80°C a 60 ° C, con una velocidad de rampa de 3,0°C/min. La Tg de cada mezcla se registró e identificó en el pico de E " de las gráficas de DMTA.

EXPERIMENTAL

- 5 Los polímeros utilizados en este estudio se enumeran en la Tabla 1. Los agentes de pegajosidad se muestran a continuación en la Tabla 2.

Tabla 1. Polímeros utilizados en las formulaciones de adhesivo experimental (HMA)

Polímero	I2* Calculado a 190°C (g/10 min)	Viscosidad de fusión a 177°C (cP)	Densidad (g/cm3)	Mw ^a (g/mol)	Mn ^a (g/mol)	Mw/Mn ^a
AFFINITY GA 1900 ^b	1000	8200	0,870	20000	9523	2,1
AFFINITY GA 1000R ^c	660	13000	0,878			2,7

a) Resultados GPC.

b) Disponible en The Dow Chemical Company. Copolímero de etileno/octeno.

c) Disponible en The Dow Chemical Company. Copolímero de etileno/octeno funcionalizado con anhídrido maleico (MAH).

* El índice de fusión se puede calcular a partir de la siguiente ecuación (Véase la patente de EE.UU. 6,335,410): $I_2 (190^\circ\text{C}/2,16 \text{ kg}) = 3,6126 [10^{(\log(\eta)^{-6.6928})/(-1.1363)}] - 9.31851$, donde η = viscosidad en estado fundido, en cP, a 350°F (177°C).

Tabla 2. Agentes de pegajosidad

Producto	Esterificación	Hidrogenación	Punto de reblandecimiento, °C	Tg, °C
FORAL 105-E ^a	Éster de pentaeritritol	Colofonia de goma hidrogenada ^c	101	54
FORALYN 90 ^a	Glicerol éster	Colofonia de goma hidrogenada ^c	82	46
PERMALYN 6110 ^a	Éster de pentaeritritol	Colofonia de goma ^d	103	54
KTP 95 ^b	éster	Colofonia de goma modificada	90-98	42

a) Disponible en Eastman Chemical.

b) Disponible en Komotac; no hidrogenado.

c) Completamente/Altamente hidrogenado.

d) No hidrogenado; véase WO 2005/014752.

- 10 El trabajo de la invención evaluó la compatibilidad y las propiedades de diferentes adhesivos de colofonia con AFFINITY GA 1900 y AFFINITY GA 1000R (injertado con MAH). El objetivo era utilizar polímero injertado con MAH para mejorar la compatibilidad con el agente de pegajosidad de colofonia a algún nivel útil. También se examinó la adhesión de composiciones que contenían AFFINITY GA 1900 y AFFINITY GA 1000R con adhesivos compatibles.

Formulaciones Adhesivas

- 15 Los componentes para las composiciones adhesivas se pesaron en un recipiente de aluminio, y se precalentaron en un horno, a 180°C, durante una hora. Los componentes en el recipiente se mezclaron entonces en un bloque calentado a 180°C durante 30 minutos, con una cabeza mezcladora "Paravisc style" a 100 RPM. Cada composición adhesiva contenía lo siguiente: polímero, cera y resina de agente de pegajosidad. Véanse las tablas 5-8 para las

formulaciones adhesivas.

La cera utilizada fue SASOLWAX H1, una cera Fischer-Tropsch, suministrada por Sasol Wax. Se utilizó IRGANOX 1010 (I1010) como antioxidante.

Ensayo de compatibilidad

- 5 La compatibilidad del polímero y el agente de pegajosidad se estimó mediante dos métodos diferentes. El primer método utilizó una inspección visual de la claridad del polímero y la composición de pegajosidad a temperatura ambiente. Este método es un método conveniente y práctico que se utiliza comúnmente en la industria. La compatibilidad se examinó adicionalmente por el comportamiento térmico y adhesivo de la composición. Otro método relativamente simple es medir la Tg de una composición polímero-agente de pegajosidad. En el caso de un agente de pegajosidad compatible, la Tg del polímero y la composición de agente de pegajosidad aumentarán (su módulo de almacenamiento (G') disminuirá).

Inspección visual

- 15 Se calentó una composición de polímero(s) y agente de pegajosidad (1 a 1 en peso) y se mezcló a 177°C durante 30 minutos, luego se enfrió a temperatura ambiente. La claridad de la composición se observó a temperatura ambiente (RT), y se registró en la tabla 3.

- 20 Las composiciones de éster de colofonia totalmente hidrogenado, FORAL 105E, con EVA, GA 1000 y GA 1000R dieron como resultado una buena claridad. Los signos de incompatibilidad aparecieron en composiciones que contenían otros agentes de pegajosidad de colofonia hidrogenados y algunos no hidrogenados. Con el agente de pegajosidad de colofonia, FORALYN 90, la "composición GA 1000R" mostró una claridad mejorada, en comparación con la composición "GA 1900".

- Las composiciones que contenían GA 1900 o GA 1000R y la PERMALYN 6110 no hidrogenada eran opacas, indicando su incompatibilidad con PERMALYN 6110. La composición que contenía agentes de pegajosidad de colofonia KTP 95 y GA 1000R tenía buena claridad, indicando que la maleación aumentaba la compatibilidad con KTP 95. El GA 1900 (sin modificación de la MAH) tenía menos compatibilidad con KTP 95.

- 25 A partir de los resultados de inspección visual, se descubrió que el nivel de hidrogenación y el grupo de esterificación de un agente de pegajosidad de éster de colofonia influyen en la compatibilidad de la composición polímero/agente de pegajosidad. Se descubrió que AFFINITY GA 1000R había mejorado la compatibilidad con agentes de pegajosidad de colofonia totalmente hidrogenados y no hidrogenados. El GA 1000R fue parcialmente reemplazado por 20% de GA 1900, y mezclado con agente de pegajosidad de colofonia. Los polímeros (GA 1000R y GA 1900) y la relación de pegajosidad en la mezcla permanecieron como 1: 1, que fue GA 1000R/GA 1900/agente de pegajosidad de colofonia = 40%/10%/50%. El reemplazo parcial de GA 1000R por GA 1900 (20% en peso de sustitución en las composiciones) también mostró buena compatibilidad con FORAL 105-E, KTP 95 o FORALYN 90. Las composiciones de GA 1900/GA 1000R/agente de pegajosidad de colofonia tenían una buena claridad. Las composiciones que contenían FORAL 105-E, KTP 95 o FORALYN 90, y GA 1000R y/o GA 1900, se analizaron adicionalmente mediante DMTA.

Tabla 3. La compatibilidad clasificada por claridad de mezclas de polímero/agente de pegajosidad 1:1 a RT

	EVA	AFFINITY GA 1900	AFFINITY GA 1000R	AFFINITY GA 1000R/AFFINITY GA 1900 (80% en peso/20% en peso)
FORAL 105-E	Transparente	Transparente	Transparente	Transparente
FORALYN 90	Transparente	Opaco	Transparente	Transparente
KTP 95	Transparente	Opaco	Transparente	Transparente
PERMALYN 6110	Transparente	Opaco	Opaco	Opaco

Ensayo DMTA

- 40 Se calentó una composición de polímero y agente de pegajosidad (1 a 1 en peso) y se mezcló a 177°C durante media hora, a continuación se comprimió a 180°C durante 15 segundos y se recortó a una muestra de 0,5 mm de espesor. Además de los agentes de pegajosidad de ésteres de colofonia, también se ensayó como referencia una mezcla 1:1 de GA 1900 con el agente de pegajosidad hidrocarbonado hidrogenado EASTOTAC H115W, ya que esta

combinación de polímero/agente de pegajosidad es conocida por tener una compatibilidad muy buena. La Tg de cada mezcla 1:1 de polímero y agente de pegajosidad se muestra en la tabla 4.

Tabla 4. La compatibilidad clasificada por Tg de mezclas de polímero/agente de pegajosidad 1:1 a RT

	AFFINITY GA 1900	AFFINITY GA 1000R	AFFINITY GA 1000R/AFFINITY GA 1900 (80% en peso/20% en peso)
EASTOTAC H115W (Referencia)	-29°C	-29°C	-29°C
FORAL 105-E	-29°C	-29°C	-31°C
FORALYN 90	-35°C	-30°C	-31°C
KTP 95	-34°C	-30°C	-30°C

- 5 La Tg de la composición EASTOTAC H115W/AFFINITY GA 1900 fue de alrededor de -29°C, que se utiliza como punto de referencia de buena compatibilidad entre el polímero y el agente de pegajosidad. La Tg de las composiciones de GA 1900 y GA 1000R, con FORAL 105-E, estaban ambas a aproximadamente -29°C, que eran próximas a la de la composición de referencia GA 1900/EASTOTAC H115W. Estos resultados indicaron que GA 1900 y GA 1000R eran ambos compatibles con el agente de pegajosidad de colofonia totalmente hidrogenado
- 10 FORAL 105-E. AFFINITY GA 1000R mostró una compatibilidad mejorada con KTP 95, en comparación con GA 1900. La Tg de la composición de GA 1000R/KTP 95 estaba también a alrededor de -30°C, que era próxima a la de la composición EASTOTAC H115W/AFFINITY GA 1900, y 4°C superior a la de la composición GA 1900/KTP 95. De manera similar, en comparación con la composición de GA 1900/FORALYN 90, se observó un aumento de 5°C en Tg para la composición GA 1000R/FORALYN 90, que era de -30°C.
- 15 La Tg de las composiciones de GA 1000R/GA 1900/agente de pegajosidad de colofonia no cambió mucho de la de las composiciones de GA 1000R/agente de pegajosidad de colofonia. Para las composiciones mostradas en la tabla 4, dicho cambio de Tg fue $\leq 1^\circ\text{C}$. Estos resultados indicaron que la compatibilidad de cada una de las composiciones de GA 1000R/GA 1900/agente de pegajosidad de colofonia era cercana a la de las correspondientes composiciones de GA 1000R/agente de pegajosidad de colofonia."
- 20 Los resultados de la DMTA fueron consistentes con los hallazgos visuales, ambos indicando que AFFINITY GA 1000R aportaba una mejor compatibilidad con agente de pegajosidad de colofonia completamente y no hidrogenados. Se espera que AFFINITY GA 1000R también tenga una mejor compatibilidad con agentes de pegajosidad de colofonia parcialmente hidrogenados. Todos estos resultados indican que el polímero injertado con MAH promueve una plastificación adicional de los agentes de pegajosidad, especialmente agentes de pegajosidad
- 25 con grupos de insaturación y aromáticos (total, parcial o no hidrogenación). Algunos de los agentes de pegajosidad de colofonia, que tenían una compatibilidad limitada con AFFINITY GA 1900, se hicieron muy compatibles con AFFINITY GA 1000R.

Rendimiento adhesivo

- 30 Basándose en los anteriores resultados de los ensayos de compatibilidad, se evaluaron adicionalmente los agentes de pegajosidad FORAL 105-E, FORALYN 90 y KTP 95 para determinar el rendimiento del adhesivo, con el fin de comprender mejor cómo las mejoras de compatibilidad mejorarán el rendimiento de adhesión.

Ensayo de Rendimiento en Adhesivos con Hidrogenerador FORAL 105-E

- 35 La tabla 5 muestra las propiedades adhesivas del agente de pegajosidad totalmente hidrogenado FORAL 105-E, formulado con diferentes polímeros, EVA, GA 1900 y GA 1000R. Los datos de la tabla 5 demuestran que AFFINITY GA 1900 y AFFINITY GA 1000R ofrecieron mejores resultados que el adhesivo EVA, especialmente para el estrés térmico y desgarramiento de la fibra a 60°C. Los datos también muestran que GA 1900 y GA 1000R dieron como resultado resultados adhesivos similares, ya que ambos polímeros tenían una buena compatibilidad con el agente de pegajosidad FORAL 105-E totalmente hidrogenado.

Tabla 5. Rendimientos adhesivos usando FORAL 105-E con diferentes polímeros – EVA, AFFINITY GA 1900 Y AFFINITY GA 1000R (cantidades en % en peso)

40% Polímero, 35% FORAL 105-E, 24,5% SASOLWAX H1, 0,5% IRGANOX 1010	Viscosidad en fusión a 177°C	SAFT	PAFT	desgarramiento de la fibra,% (substrato de difícil enlace)*			Pasando el estrés por calor	Flex Mandrel,% (3 mm)	
	mPa.s	°C	°C	-17°C	RT	60°C	°C	-17°C	RT
EVA	667	105	59	80	76	65	35	100	100
GA1900	611	100	60	88	100	90	57.5	80	100
GA1000R	708	101	65	90	100	92	57.5	100	100
* Kraft revestido con BOPP.									

Ensayo de rendimiento en el adhesivo utilizando el agente de pegajosidad FORALYN 90

- 5 La tabla 6 muestra los rendimientos adhesivos usando un agente de pegajosidad hidrogenado FORALYN 90 formulado con diferentes polímeros, GA 1900 y GA 1000R. También se ensayó una formulación adhesiva de referencia utilizando GA1900 al 40% y EASTOTAC 100W al 35%, para comparar su rendimiento con adhesivos hechos usando agentes de pegajosidad basados en colofonia. Esta formulación de referencia tenía buenas propiedades adhesivas. Los datos mostrados en la tabla 6 ilustran que GA 1000R ayudó a mejorar el rendimiento global del adhesivo. Además de un aumento en PAFT, hubo una mejora significativa en la flexibilidad a temperatura ambiente y a -17°C. El adhesivo que utilizaba GA 1000R era flexible a temperatura ambiente y -17°C, mientras que se observaba el agrietamiento de tiras adhesivas, formadas a partir del adhesivo que contenía GA 1900, a las mismas temperaturas. Se cree que la compatibilidad mejorada entre FORALYN 90 y GA 1000R contribuyó a una mejor flexibilidad del adhesivo. El rendimiento adhesivo global de AFFINITY GA 1000R y FORALYN 90 fue tan bueno como la formulación de referencia basada en GA1900 y EASTOTAC 100W.

Tabla 6: Rendimientos adhesivos utilizando FORALYN 90; diferentes polímeros - AFFINITY GA 1900 y AFFINITY GA 1000R (cantidades en % en peso)

40% Polímero, 35% FORALYN 90, 24,5% SASOLWAX H1, 0,5% IRGANOX 1010	Viscosidad a 177°C	SAFT	PAFT	desgarramiento de fibra, % (cartón regular *)			Pasando el estrés por calor	Flex Mandrel, % (3 mm)	
	mPa.s	°C	°C	-17°C	RT	60°C	°C	-17°C	RT
GA1900	554	100	56	86	95	88	52.5	0	20
GA1000R	701	103	63	88	98	92	55	100	100
40%GA1900, 35% EASTOTAC 100W	593	104	61	100	100	100	40	100	100
* Cartones normales con ranuras regulares (RSC estándar), disponibles en "papermart.com".									

Ensayo de rendimiento en el adhesivo utilizando agente de pegajosidad KTP

- 20 La tabla 7 muestra el comportamiento adhesivo del agente de pegajosidad KTP 95 (no hidrogenado) formulado con diferentes polímeros (GA 1900 y GA 1000R). Se utilizó de nuevo una formulación adhesiva utilizando GA1900 al 40% y EASTOTAC 100W al 35% como formulación de referencia. De nuevo, la composición que contiene el GA 1000R tiene una mejora pronunciada en cuanto a flexibilidad a temperatura ambiente y -17°C, lo que indica compatibilidad mejorada en la formulación. El rendimiento adhesivo global usando AFFINITY GA 1000R y KTP 95 fue tan bueno como la formulación de referencia, basado en GA1900 y EASTOTAC 100W.

Tabla 7. Rendimientos adhesivos usando KTP 95 con diferentes polímeros - AFFINITY GA 1900 y AFFINITY GA 1000R (cantidades en % en peso)

40% Polímero, 35% KTP 95, 24,5% SASOLWAX H1, 0,5% IRGANOX 1010	Viscosidad a 177°C	SAFT	PAFT	desgarramiento de fibra, % (cartón regular)			Pasando el estrés por calor	Flex Mandrel, % (3 mm)	
	mPa.s	°C	°C	-17°C	RT	60°C	°C	-17°C	RT
GA1900	516	103	57	100	100	100	40	0	0
GA1000R	585	104	61	100	100	100	45	100	100
40%GA1900, 35% EASTOTAC 100W	593	104	61	100	100	100	40	100	100

5 A continuación, se cambió la relación del polímero y el agente de pegajosidad KTP 95, como se muestra en las formulaciones enumeradas en la tabla 8. Como se observa en la tabla 8, las composiciones que contienen GA 1000R y KTP95 tuvieron mejores resultados de adherencia.

Tabla 8. Rendimientos adhesivos usando KPT 95 con diferente contenido de polímero (cantidades en % en peso)

24.5% SASOL WAX H1 0,5% IRGANOX 1010	Viscosidad a 177 ° C	SAFT	PAFT	desgarramiento de fibra,% (cartón regular)			Pasando el estrés por calor	Flex Mandrel, % (3 mm)	
	mPa.s	°C	°C	-17°C	RT	60°C	°C	-17°C	RT
35%GA 1900, 40% KTP95	380	104	61	97	100	96	40	20	60
40%GA 1900, 35% KTP95	516	103	57	100	100	100	40	0	0
45%GA 1900, 30% KTP95	705	102	50	94	100	73	40	0	0
35%GA 1000R, 40% KTP95	528	102	62	100	100	100	45	60	100
40%GA 1000R, 35% KTP95	585	104	61	100	100	100	45	100	100
45%GA 1000R, 30% KTP95	783	104	54	100	100	95	45	100	100

10 Se descubrió que las composiciones globales que contenían AFFINITY GA 1000R y los agentes de pegajosidad preferidos mostraron una mejora significativa en la compatibilidad, y habían aumentado el rendimiento en todas las formulaciones, especialmente en términos de resistencia al calor y flexibilidad a temperatura ambiente y baja temperatura (-17°C). DO). Los rendimientos de las composiciones de adhesivos alcanzaron el mismo nivel de rendimiento que la formulación de referencia.

Formulaciones con AFFINITY GA 1000R u otros polímeros injertados con MAH

15 El rendimiento del adhesivo se examinó utilizando otro polímero injertado con MAH (EPOLENE C-18) formulado con agente de pegajosidad con colofonia. El EPOLENE C-18 (densidad de 0,905 g/cc y viscosidad en estado fundido de 2800 cP (a 177°C), disponible en Westlake Chemical) es el polietileno de bajo peso molecular funcionalizado con MAH, formado a partir de un polímero a base de etileno polimerizado bajo polimerización a alta presión (véase por ejemplo la patente de EE.UU. 5,763,516). De la inspección visual, las mezclas 1:1 de EPOLENE C-18 y FORAL 105-E mostraron buena claridad a temperatura ambiente (RT), lo que indica la buena compatibilidad entre EPOLENE C-

20

18 y FORAL 105-E.

Se examinaron dos formulaciones para determinar su rendimiento adhesivo. La fórmula 1 (F1) y la formulación 2 (F2) contenían ambos 40% en peso de materiales funcionalizados con MAH (EPOLENE C-18 en F1 y AFFINITY GA 1000R en F2), 34,5% en peso de agente de pegajosidad con colofonia FORAL 105-E y 25% en peso de cera. Las cantidades de componentes en F1 y F2 se eligieron con el fin de producir composiciones para ensayos de adherencia. Véase la tabla 9.

F1: 40% en peso de EPOLENE C-18, 34,5% en peso de FORAL 105 E, 25% en peso de SASOLWAX H1, 0,5% en peso de I1010;

F2: 40% en peso de AFFINITY GA 1000R, 34,5% en peso de FORAL 105-E, 25% en peso de SASOLWAX H1, 0,5% en peso de I1010.

Como se muestra en la tabla 9, con el mismo contenido de polímero funcionalizado con MAH en la formulación, la composición que contenía el AFFINITY GA 1000R tenía un rendimiento de adhesión y una propiedad de flexibilidad mucho mejores. La formulación 1, que contenía el EPOLENE C-18, tenía un 0% de desgarramiento de la fibra a -17°C, RT y 60°C. La formulación 2, que contenía el GA 1000R, demostró $\geq 90\%$ del desgarramiento de la fibra a -17°C, RT y 60°C. El diferente comportamiento de adhesión entre la formulación 1 y la formulación 2 fue significativo. La formulación 2 también mostró una flexibilidad mucho mayor en flex mandrel (un ensayo que mide la flexibilidad del adhesivo a diferentes temperaturas) a temperatura ambiente y -17°C. En comparación con el EPOLENE C-18, AFFINITY GA 1000R dio como resultado un mejor rendimiento global del adhesivo.

Tabla 9: Rendimientos de AFFINITY GA 1000R vs. EPOLENE C - 18 (% en peso)

		Desgarramiento de fibra, % (sustrato de difícil enlace)			Flex Mandrel, % (3 mm)	
		-17°C	RT	60°C	-17°C	RT
F1	40% EPOLENE C-18, 34,5% FORAL 105-E, 25% SASOLWAX H1, 0,5% I 1010	0	0	0	0	40
F2	40% GA 1000R, 34,5% FORAL 105-E, 25% SASOLWAX H1, 0,5% I 1010	90	100	92	100	100
* Kraft revestido con BOPP.						

REIVINDICACIONES

1. Una composición que comprende los siguientes componentes:

A) un interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico que comprende las siguientes propiedades:

- 5 i) una viscosidad en estado fundido (177°C) menor que o igual a 50.000 cP; y
ii) una densidad de 0,855 a 0,895 g/cc;

B) un agente de pegajosidad basado en colofonia; y

en el que el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

- 10 i) un éster de glicerol parcialmente hidrogenado;
ii) un éster de pentaeritritol completamente hidrogenado;
iii) un éster de glicerol completamente hidrogenado;
iv) un éster no hidrogenado con una Tg de 30°C a 50°C; o
v) una combinación de los mismos.

2. La composición de la reivindicación 1, en la que el agente de pegajosidad se selecciona de entre los siguientes:

- 15 ii) un éster de pentaeritritol completamente hidrogenado;
iii) un éster de glicerol completamente hidrogenado;
iv) un éster no hidrogenado con una Tg de 30°C a 50°C; o
v) una combinación de los mismos.

20 3. La composición de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la que el interpolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una distribución de peso molecular (MWD) de 1,5 a 5,0.

4. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el componente A está presente en una cantidad de 30 a 60 por ciento en peso, basado en el peso de la composición.

25 5. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la relación en peso del componente A al componente B (A/B) es de 0,50 a 2,00.

6. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la composición comprende $\geq 70\%$ en peso del peso total del componente A y del componente B, basado en el peso de la composición.

7. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la composición comprende además el componente C) un interpolímero de etileno/ α -olefina.

30 8. La composición de la reivindicación 7, en la que el interpolímero de etileno/ α -olefina del componente C tiene una densidad de 0,855 a 0,885 g/cc.

9. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la composición tiene una viscosidad en estado fundido (a 177°C) de 100 a 2000 mPa.s.

35 10. Un artículo que comprende al menos un componente formado a partir de la composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

11. El artículo de la reivindicación 10, que comprende además un sustrato.

12. El artículo de la reivindicación 11, en el que el sustrato se selecciona del grupo que consiste en lo siguiente: un sustrato revestido, un papel reciclado y combinaciones de los mismos.

40 13. El artículo de la reivindicación 11 o la reivindicación 12, en el que el sustrato se selecciona del grupo que consiste en lo siguiente: un Kraft o cartón revestido con cera, un Kraft o cartón revestido con polietileno, un Kraft o cartón laminado con película BOPP, un Kraft o cartón laminado con película de polipropileno (PP), un Kraft o cartón laminado con película PET, un Kraft o cartón revestido con arcilla, un Kraft o cartón revestido con laca, y combinaciones de los mismos.