

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 698 331**

51 Int. Cl.:

C09J 133/06 (2006.01)

C08F 220/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.05.2006 E 14001449 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.09.2018 EP 2789664**

54 Título: **Adhesivos sensibles a la presión resistentes al blanqueamiento del agua**

30 Prioridad:

20.05.2005 US 682973 P

22.03.2006 US 784867 P

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

04.02.2019

73 Titular/es:

AVERY DENNISON CORPORATION (100.0%)
150 North Orange Grove Boulevard
Pasadena, CA 91103-3596, US

72 Inventor/es:

BARTHOLOMEW, ERIC L.;
LESTER, CHRISTOPHER L.;
MAERKI, ROGER;
MUELLER, ALFREDO y
YEADON, GRAHAM

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 698 331 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

Adhesivos sensibles a la presión resistentes al blanqueamiento del agua

5 Campo técnico

El objetivo de la invención son los adhesivos sensibles a la presión y más particularmente, los adhesivos sensibles a la presión en emulsiones con base acrílica que, cuando se recubren y se secan como una película, son transparentes y resisten el blanqueamiento por la acción del agua.

10 Antecedentes

Las etiquetas poliméricas transparentes son cada vez más deseadas, ya que proporcionan un aspecto de no etiqueta a los envases de vidrio y plástico decorados. Las etiquetas de papel bloquean la visibilidad del envase y/o del contenido del envase. Las etiquetas transparentes mejoran la estética visual del envase y, por lo tanto, de los productos, y crecen mucho más rápido que las etiquetas de papel en el mercado de decoración de envases, ya que las empresas de productos de consumo intentan continuamente mejorar la apariencia de sus productos en las estanterías de las tiendas.

Se requiere un alto grado de resistencia al blanqueamiento con agua, especialmente agua caliente y/o agua muy fría, mediante adhesivos sensibles a la presión (PSA) para algunas aplicaciones de etiquetas transparentes. Por ejemplo, las botellas etiquetadas con etiquetas de PSA de película transparente se pueden someter a condiciones de pasteurización en las que se espera que la etiqueta permanezca transparente durante todo el proceso. En otras aplicaciones de etiquetado, las botellas etiquetadas con etiquetas de PSA transparentes se someten a inmersión a largo plazo en agua muy fría, tal como con botellas de cerveza y bebidas. Históricamente, se han utilizado los adhesivos con base disolvente para dichas aplicaciones tan exigentes. Las consideraciones medioambientales, sin embargo, favorecen la eliminación de los disolventes. Esto y las mayores velocidades de recubrimiento alcanzables con los PSA en emulsión favorecen su utilización en lugar de los PSA con base disolvente.

Los polímeros de PSA con base emulsión se preparan en presencia de tensioactivos y otros electrolitos solubles en agua tales como los iniciadores. Además, los comonómeros tales como los ácidos carboxílicos insaturados se emplean para impartir o mejorar las propiedades adherentes y tienden a estar presentes en la interfaz de partículas de látex y permanecer allí durante la formación de la película. Las películas moldeadas a partir de dichas emulsiones son sensibles al agua y se vuelven turbias simplemente cuando se coloca una gota de agua sobre la película. El blanqueamiento al agua está garantizado casi siempre cuando el agua está caliente, por ejemplo, la temperatura del agua es 70° C o más alta.

La resistencia al agua de las películas de polímeros en emulsión acrílica se ha abordado desde hace tiempo en la técnica, particularmente con respecto a las películas de pintura. La técnica ha observado que la presencia de electrolitos, tensioactivos y polielectrolitos solubles en agua, tales como el polimetacrilato de sodio, provocan o mejoran la sensibilidad del agua. También se sabe que los tensioactivos son especies migratorias que con el tiempo se mueven hacia y se desarrollan en la superficie de las películas, volviéndolas también sensibles al agua.

La técnica ha enseñado que la utilización de bajos niveles de tensioactivos, una reducción o eliminación de electrolitos solubles y la reticulación entre las partículas de la emulsión pueden todos servir para impartir o mejorar la resistencia al agua.

El documento WO 98/44064 A1 describe un polímero acrílico sensible a la presión polimerizado en emulsión que tiene resistencia al blanqueo con agua según se mide mediante el ensayo de agua en ebullición y los tamaños de partícula promedio por encima de 250 nm.

50 Sumario

De acuerdo con la invención, se proporciona un polímero adhesivo sensible a la presión acrílico resistente al agua formado mediante la polimerización en emulsión de una mezcla de monómeros que comprende al menos un éster de acrilato de alquilo de un alcohol que contiene de 4 a 8 átomos de carbono en la cadena de alquilo; al menos un monómero polar; y al menos un monómero copolimerizable seleccionado a partir de (a) monómeros de estireno y derivados de estireno o (b) metacrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, acetato de vinilo y combinaciones de dos o más de los mismos, en donde el monómero de (b) se utiliza con un agente de transferencia de cadena, en donde el polímero adhesivo sensible a la presión tiene un diámetro de partícula promedio en volumen de al menos 250 nm según se determina mediante dispersión de luz láser y presenta un aumento en la opacidad de menos de aproximadamente el 10% según se determina mediante la prueba de resistencia al agua caliente descrita en la presente memoria, en donde el monómero polar se elige a partir de ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico y combinaciones de dos o más de los mismos, o a partir de acrilato de beta-carboxietilo, succinato de monometacrilato de etilo, ftalato de monometacrilato de etilo, monoacrilato de glicol de polietileno, monoacrilato de glicol de polipropileno, metacrilato de 2-hidroxi-etilo, metacrilato de 2-hidroxi-propilo, acrilato de 2-hidroxi-etilo, acrilato de 2-hidroxi-propilo y combinaciones de dos o más de los mismos. En una forma de realización, el polímero de PSA presenta un aumento de opacidad de menos de aproximadamente el 5%, y en una forma de realización, de menos del 3%.

En una forma de realización, se forma un polímero adhesivo sensible a la presión acrílico resistente al agua mediante la polimerización en emulsión de una mezcla de monómeros que comprende aproximadamente del 55% a aproximadamente el 98% en peso en base al peso total de monómeros de al menos un éster de acrilato de alquilo de un alcohol que contiene de 4 a 8 átomos de carbono en la cadena de alquilo; aproximadamente del 0,5% a aproximadamente el 5% en peso en base al peso total de monómeros de al menos un monómero polar; y aproximadamente del 1% a aproximadamente el 25% en peso en base al peso total de monómeros de al menos un monómero copolimerizable de estireno o derivados de estireno, en donde el polímero adhesivo sensible a la presión tiene un diámetro de partícula promedio en volumen de al menos 250 nm según se determina mediante dispersión de luz láser y presenta un aumento en la opacidad de menos de aproximadamente el 10% según se determina mediante la prueba de resistencia al agua caliente.

En una forma de realización, se forma un polímero adhesivo sensible a la presión acrílico resistente al agua mediante la polimerización en emulsión de una mezcla de monómeros que comprende aproximadamente del 50% a aproximadamente el 99% en peso en base al peso total de monómeros de al menos un éster de acrilato de alquilo de un alcohol que contiene de 4 a 8 átomos de carbono en la cadena de alquilo; aproximadamente del 0,5% en peso a aproximadamente el 3% en peso en base al peso total de monómeros de al menos un monómero polar; aproximadamente del 5% a aproximadamente el 50% en peso en base al peso total de monómeros de al menos un monómero copolimerizable seleccionado a partir de metacrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, acetato de vinilo y combinaciones de dos o más de los mismos, de aproximadamente del 0,1% a aproximadamente el 0,5% en peso de un agente de transferencia de cadena, en donde el polímero adhesivo sensible a la presión tiene un diámetro de partícula promedio en volumen de al menos 250 nm según se determina mediante dispersión de luz láser y presenta un aumento en la opacidad de menos de aproximadamente el 10% según se determina mediante la prueba de resistencia al agua caliente descrita en la presente memoria. En una forma de realización, el polímero de PSA presenta un aumento de opacidad de menos de aproximadamente el 5%.

Además de exhibir resistencia al blanqueamiento con agua por acción del agua caliente, los adhesivos sensibles a la presión pueden presentar resistencia al blanqueamiento con agua por la acción de agua muy fría. Los adhesivos sensibles a la presión en una forma de realización de la invención presentan una opacidad inferior a aproximadamente el 10% según se determina mediante la prueba de resistencia al agua fría descrita en la presente memoria. En una forma de realización, el aumento de opacidad es menor de aproximadamente el 5% según se determina mediante la prueba de resistencia al agua fría.

Breve descripción de los dibujos

La gráfica de la figura 1 que muestra el tamaño de partícula del polímero frente a la resistencia al agua de los PSA en emulsión acrílica.

Descripción detallada

Se proporcionan, de acuerdo con la presente invención, composiciones poliméricas de adhesivos sensibles a la presión (PSA) en emulsión acrílica que, cuando se recubren y se secan como una película, no se ven, en esencia, afectados por la acción del agua, particularmente la acción del agua caliente (más de 65°C) y muy fría (alrededor de 0° C).

Además de proporcionar un aspecto sin etiqueta a las superficies frontales claras y transparentes donde la resistencia del adhesivo al blanqueo al agua hace que los adhesivos sean útiles para aplicaciones de etiquetado, también es deseable la resistencia a la acción del agua caliente en condiciones de pasteurización. La resistencia al agua muy fría es deseable para la aplicación en la que las etiquetas se someten a inmersión a largo plazo en agua muy fría, por ejemplo, en condiciones de "nevera". Los adhesivos también tienen propiedades adhesivas superiores "de pegado en mojado".

El polímero adhesivo sensible a la presión acrílico resistente al agua se forma mediante la polimerización en emulsión de una mezcla de monómeros. Los polímeros de PSA en emulsión acrílica se componen de una cantidad predominante de uno o más ésteres de acrilato de alquilo de un alcohol que contiene de 4 a 8 átomos de carbono en la cadena de alquilo. Los ésteres de acrilatos de alquilo incluyen, entre otros, el acrilato de n-butilo, el acrilato de 2-etilhexilo, el acrilato de hexilo y el isooctilacrilato. En una forma de realización, los ésteres de alquilo acrilato A están presentes en una cantidad de al menos aproximadamente el 50% del peso de la totalidad de los monómeros. En una forma de realización, el éster de acrilato de alquilo está presente en el intervalo aproximadamente del 50% a aproximadamente el 99%, o aproximadamente del 55% a aproximadamente el 98%, o aproximadamente del 75% a aproximadamente el 90% del peso de la totalidad de los monómeros.

El polímero de PSA en emulsión acrílica comprende al menos un comonómero polar seleccionado a partir del monómero polar que se selecciona a partir de ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico y combinaciones de dos o más de los mismos, o a partir de acrilato de beta-carboxietilo, succinato de monometacrilato, ftalato de monometacrilato, monoacrilato de glicol de polietileno, monoacrilato de glicol de polipropileno, metacrilato de 2-hidroxi-etilo, metacrilato de 2-hidroxi-propilo, acrilato de 2-hidroxi-etilo, acrilato de 2-hidroxi-propilo y combinaciones de dos o más de los mismos.

En una forma de realización, el monómero polar está presente en el intervalo aproximadamente del 0,5% a aproximadamente el 5%, o aproximadamente del 0,5% a aproximadamente el 3%, o aproximadamente del 1% a aproximadamente el 3% del peso de la totalidad de los monómeros.

En una forma de realización, el polímero de PSA en emulsión acrílica también comprende al menos un estireno o derivado de estireno tal como el estireno de butilo terciario, el estireno de dimetilo, el tolueno de vinilo y similares. En una forma de realización, el estireno o derivado de estireno está presente en el intervalo aproximadamente del 1% a aproximadamente el 25%, o aproximadamente del 1% a aproximadamente el 15% del peso de la totalidad de los monómeros.

En una forma de realización, el PSA en emulsión acrílica también comprende al menos un monómero copolimerizable seleccionado a partir de metacrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, acetato de vinilo y combinaciones de dos o más de los mismos. El monómero copolimerizable puede estar presente en una cantidad de aproximadamente el 5% a aproximadamente el 50%, o aproximadamente del 5% a aproximadamente el 15%, en base al peso total de monómeros.

En una forma de realización, el polímero en emulsión acrílica puede incluir monómeros etilénicamente insaturados multifuncionales. Dichos monómeros incluyen, por ejemplo, el divinilbenceno, el trivinilbenceno, el diviniltolueno, la divinilpiridina, el divinilnaftaleno, el divinilxileno, el etilenglicol di(met)acrilato, el trimetilolpropano tri(met)acrilato, el dietilenglicol éter de divinilo, el trivinilciclohexano, el alilo (met)acrilato, el dietilenglicol di(met)acrilato, el propilenglicol di(met)acrilato, el trimetilolpropano tri(met)acrilato, el 2,2-dimetilpropano-1,3-di(met)acrilato, el 1,3-butilenglicol di(met)acrilato, el 1,4-butanodiol di(met)acrilato, el 1,6-hexanodiol di(met)acrilato, el tripropileno glicol di(met)acrilato, el trietileno glicol di(met)acrilato, polietileno glicol di(met)acrilato, tal como el polietileno glicol 200 di(met)acrilato y el polietileno glicol 600 di(met)acrilato, el tetraetileno glicol di(met)acrilato, el etoxilado bisfenol A di(met)acrilato, el poli(butanodiol) di(met)acrilato, el pentaeritritol tri(met)acrilato, el trimetilolpropano tri(met)acrilato, el gliceril propoxi tri(met)acrilato, el pentaeritritol tetra(met)acrilato, el dipentaeritritol monohidroxipenta(met)acrilato, el silano de divinilo, el silano de trivinilo, el silano dimetil de divinilo, el silano divinil de metilo, el silano metil de trivinilo, el silano difenil de divinilo, el silano divinil de fenilo, el silano trivinil de fenilo, el silano divinil metil de fenilo, el silano de tetravinilo, el disiloxano dimetil de vinilo, el poli(metil vinilo siloxano), el poli(vinil hidro siloxano), el poli(fenil vinil siloxano) y combinaciones de dos o más de los mismos. En una forma de realización, el monómero opcional está presente en el polímero en emulsión acrílica en el intervalo del 0% a aproximadamente el 20% en peso de la totalidad de los monómeros. En una forma de realización, el monómero copolimerizable opcional está presente en una cantidad de aproximadamente 0 a aproximadamente el 15% en peso de los monómeros.

Se pueden añadir otros comonómeros que incluyen el acetoacetoxietil (met)acrilato, el N-vinil caprolactama, el hidroxietil(propil) (met)acrilato y similares a la mezcla de monómeros. Los reticulantes químicos se pueden proporcionar en una cantidad de hasta el 1% en peso de los monómeros.

Los polímeros de PSA en emulsión acrílica se forman en presencia de al menos un tensioactivo. Los tensioactivos útiles incluyen tensioactivos aniónicos, tensioactivos no iónicos y mezclas de los mismos. En una forma de realización, se utilizan tanto tensioactivos aniónicos como iónicos y se proporcionan con una proporción en peso de no iónicos a aniónicos de al menos aproximadamente 1,5:1. En una forma de realización, los tensioactivos se proporcionan con una proporción en peso de aproximadamente 1,5:1 a aproximadamente 4:1, o aproximadamente 2:1 a aproximadamente 3:1.

Los tensioactivos aniónicos útiles en el proceso de polimerización incluyen aquellos que contienen sulfato, sulfonato, fosfato, sulfato de polioxietileno, sulfonato de polioxietileno, grupos fosfato de polioxietileno y similares, y las sales de dichos grupos aniónicos que incluyen sales de metales alcalinos, sales de amonio terciarias, y similares, incluyendo sales de etanoles de poli(etilenoxi) fenoxi de octilo u nonilo sulfatadas, de sulfonato de alquilo, de sulfosuccinato de alquilo, de sulfato de polioxietileno de alquilo, de sulfato de polioxietileno de alkilarilo, de sulfato de polioxietileno de alquilo de fenol de éter y combinaciones de dos o más de los mismos. Los tensioactivos aniónicos representativos comercialmente disponibles incluyen lauril éter sulfatos tales como el Disponil™ FES-32, el Disponil™ FES-993 disponible de Cognis Corporation; la sal sódica de di-2-etilhexilsulfosuccinato también de Cognis Corporation; sales de etanoles de poli(etilenoxi) fenoxi de octilo u nonilo sulfatadas tales como el Aerosol™ NPES-458, el Aerosol™ OT-75, el Aerosol™ A-501 disponible de Cytec Industries; tensioactivos de éster de fosfato aromático tales como el Rhodafac™ PE-510 disponible de Rhone Poulenc; tensioactivos copolimerizables tales como poliéteres acrílicos sulfatados tales como el SAM 211 de PPG Industries y similares. Otros tensioactivos útiles para la polimerización incluyen el dodecil benceno sulfonato, el lauril sulfato y similares.

Los tensioactivos no iónicos útiles en el proceso de polimerización incluyen aquellos que contienen alcohol graso modificado o etoxilatos ácidos, etoxilato de fenol alquilo, éter de polioxietileno de fenol de alquilo, éter de polioxietileno de alquilo y combinaciones de dos o más de los mismos. Los tensioactivos no iónicos disponibles comercialmente incluyen poliglicoléter de alcohol graso modificado tal como el Disponil™ AFX 1 080 de Cognis

Corporation; etoxilatos de octilo y nonilfenol tales como los tensioactivos Igepal™ de Rhodia; y los etoxilatos de alcohol secundario C11-C15, tales como la serie Tergitol 15-S de Dow.

En una forma de realización, el tensioactivo comprende un poliglicoléter de alcohol graso que contiene hidrófobos C-12 y que tiene un contenido de etoxilación (EO) inferior o igual a aproximadamente 20 moles. En una forma de realización, el contenido de EO es menor o igual a aproximadamente 10 moles.

Además de los monómeros y tensioactivos descritos anteriormente, se pueden utilizar ingredientes adicionales, reactivos, coadyuvantes de procesado y otros componentes para preparar los adhesivos sensibles a la presión. Una lista no limitativa incluye catalizadores de polimerización (iniciadores); electrolitos; agentes de transferencia de cadena, por ejemplo, aquellos que contienen grupos mono o multi-mercaptano tales como el n-dodecil-mercaptano (n-DDM), grupos halogenados, grupos hidroxilo y similares; soluciones de base (por ejemplo, hidróxido de sodio de amoniaco acuoso, etc.); aceleradores; agentes antiespumantes, por ejemplo, el Drewplus T-1201 disponible comercialmente de Ashland Specialty Chemical Company; y biocidas, por ejemplo, el Kathon LX, comercialmente disponibles como una solución al 1,5% de Rohm & Haas. En una forma de realización, el polímero comprende del 0,01% a aproximadamente el 0,5% en peso, en base al peso total de monómeros de un agente de transferencia de cadena.

Se pueden utilizar iniciadores de radicales libres solubles en agua convencionales para la polimerización. Incluyen el persulfato de amonio, el persulfato de potasio y el persulfato de sodio. También se pueden utilizar otros iniciadores tales como los iniciadores azo solubles en agua, los iniciadores redox tales como los sistemas catalizadores de persulfato/bisulfato. La concentración típica de iniciador de polimerización es aproximadamente del 0,05% a aproximadamente el 1,0% del peso total de monómeros.

Después de la polimerización, el pH de la emulsión se puede ajustar poniendo en contacto la emulsión con una base adecuada en una cantidad necesaria para alcanzar el pH de al menos 7. En una forma de realización, el pH es desde aproximadamente 7,2 a aproximadamente 9, o desde aproximadamente 7,5 a aproximadamente 8. Ejemplos de bases adecuadas incluyen hidróxidos de metales alcalinos, hidróxidos de metales alcalinotérreos, hidróxidos de amonio, aminas y similares.

El polímero en emulsión normalmente tiene un diámetro medio de partícula "promedio en volumen" de al menos 250 nm, o aproximadamente 300 nm, o aproximadamente 350 nm según se determina mediante dispersión de luz láser utilizando un espectrómetro de Nicomp Instrument. En una forma de realización, el polímero en emulsión tiene una distribución de tamaño de partícula bimodal.

En una forma de realización de la invención, se preparan polímeros en emulsión que tienen un alto contenido de sólidos y baja viscosidad. El contenido de sólidos del polímero en emulsión puede ser al menos del 55% en peso. En una forma de realización, el contenido de sólidos es aproximadamente del 55% a aproximadamente el 70% en peso. El producto de polimerización emulsionado puede tener una viscosidad en el intervalo de aproximadamente 300 a aproximadamente 15.000 cps. En una forma de realización, la viscosidad está en el intervalo de aproximadamente 300 a aproximadamente 4.000 cps.

Prueba de resistencia al agua caliente:

Se desarrolló una prueba de resistencia al agua caliente para simular el efecto de la pasteurización y como un método estándar para determinar la opacidad del polímero adhesivo candidato. La opacidad es la relación entre la reflectancia de una muestra respaldada con un fondo blanco y la de una muestra respaldada con un fondo negro, multiplicada por cien, e presentada como porcentaje de opacidad. En la prueba, se recubre un adhesivo sensible a la presión hasta un espesor de 1 mil sobre una superficie frontal o respaldo transparente de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP), de 2 mil, secado a 60° C en un horno durante 10 min y enfriado. Después de enfriar, la superficie frontal o soporte tipo película se sumerge en agua en un vaso de precipitados de agua caliente (+66° C) durante 60 min. La superficie frontal recubierta de PSA se lamina a continuación inmediatamente a una película transparente de poliéster de 2 mil con una espátula de plástico y la opacidad del laminado resultante se determina utilizando un espectrocolorímetro (Hunter Lab ColorQuest 45/0). El porcentaje de opacidad para la muestra sumergida se compara con una muestra que no se haya sumergido y la diferencia se registra como Opacidad delta. Un aumento de la opacidad de hasta aproximadamente el 5% se considera como bueno. Un aumento de la opacidad de hasta aproximadamente el 2,5 se considera como excelente. Un aumento de opacidad por encima del 10,0% se considera como pobre para las aplicaciones que requieren un PSA que no se blanquee con el agua.

Prueba de resistencia al agua fría:

Se desarrolló una prueba de resistencia al agua fría para simular el efecto de las condiciones de la "nevera" y como un método estándar para determinar la opacidad del polímero adhesivo candidato para aplicaciones de botellas de bebidas. La prueba es, en esencia, la misma que la de la prueba con agua caliente, con la excepción de que la superficie frontal recubierta de PSA se sumerge en un baño de agua a una temperatura de aproximadamente 0° C (32° F) durante un período de 72 horas antes de medir la opacidad con un espectrocolorímetro. Un aumento de la opacidad de hasta aproximadamente el 5% se considera excelente. Un aumento de la opacidad superior al 10,0% se considera como pobre para las aplicaciones que requieren un PSA que no se blanquee con el agua.

5 Cuando se recubren sobre un sustrato y se secan, los polímeros son pegajosos y útiles para la preparación de los adhesivos, que incluyen las cintas, las etiquetas y otras construcciones sensibles a la presión. En una forma de realización, se prepara una construcción recubierta recubriendo la emulsión de polímero sobre el recubrimiento antiadherente, secando la emulsión, y laminando el subconjunto resultante a una superficie frontal u otro sustrato, tal como un soporte de papel o de película. Alternativamente, la emulsión se puede recubrir directamente sobre una superficie frontal, secarse y a continuación protegerse hasta su utilización mediante un recubrimiento antiadherente o un lado posterior con baja energía de liberación de la construcción. En otra forma de realización, se prepara una construcción revestida simplemente recubriendo el polímero en emulsión sobre un sustrato y permitiendo que se seque.

Ejemplos

Ejemplo 1:

15 Se forma una carga de reactor que contiene 307,2 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 42,01 g de Disponil 993 (32% de sólidos, fabricado por Cognis Corp.), 7,26 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos, fabricado por Cytec) en 120,03 g de agua desionizada.

20 Se prepara una mezcla de monómeros con 753,62 g de acrilato de 2-etilhexilo, 89,75 g de metacrilato de metilo, 44,88 g de estireno y 8,87 g de ácido acrílico. La mezcla de monómeros se agrega a la solución preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad está en el intervalo de 1.000-4.000 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm).

25 Se preparó una solución acuosa de alimentación de iniciador disolviendo 1,95 g de persulfato de potasio en 77,96 g de agua desionizada. Se preparó un iniciador de arranque y constaba de 1,95 g de persulfato de potasio.

30 La carga del reactor se introduce en un reactor de 1,5 litros. La carga del reactor se calienta a 78° C y se agrega el iniciador de arranque. La mezcla se mantiene durante 5 minutos a 78° C. La alimentación de la preemulsión se inicia a la velocidad de 4,637 g/min. Veinticinco minutos después del comienzo de la alimentación de la preemulsión, la alimentación del iniciador acuoso se agrega a una velocidad de 0,347 g/min. La preemulsión se agrega durante 3,83 horas. La alimentación del iniciador acuoso se agrega durante 3,83 horas. A lo largo de las alimentaciones, la temperatura interna del reactor se mantiene a 80-82° C. Una vez completadas las alimentaciones, el contenido se mantiene a 80° C durante una hora adicional y a continuación se enfrían. El látex se neutraliza con una solución diluida de hidróxido de amonio a un pH de 7,5. Los sólidos finales de látex son el 61,95%. La viscosidad es de 460 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm). La medición del tamaño de partícula produjo una distribución bimodal de la cual el 52,1% está compuesto por partículas de 185,3 nm y el 47,9% está compuesto por partículas de 578,3 nm. Cuando se prueba mediante la prueba de resistencia al agua caliente descrita anteriormente, se mide un incremento de la opacidad del 9,5%.

Ejemplo 2:

40 Se forma una carga de reactor que contiene 283,81 g de agua desionizada. Una solución jabonosa de alimentación preemulsión se forma disolviendo 17,65g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado por Cognis Corp.), 7,45 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos, fabricado por Cytec) en 106,78 g de agua desionizada.

45 Se prepara una mezcla de monómeros con 772,74 g de acrilato de 2-etilhexilo, 92,03 g de metacrilato de metilo, 46,01 g de estireno y 9,20 g de ácido acrílico. La mezcla de monómeros se agrega a la solución preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad está en el intervalo de 1.000-4.000 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm).

50 Se prepara una solución de alimentación del iniciador acuoso disolviendo 2,67 g de persulfato de potasio en 118,54 g de agua desionizada. Se prepara un iniciador de arranque y consta de 2,67 g de persulfato de potasio.

55 La carga del reactor se introduce en un reactor de 1,5 litros. La carga del reactor se calienta a 78° C y se agrega el iniciador de arranque. La mezcla se mantiene durante cinco minutos a 78° C. La alimentación de la preemulsión se inicia a una velocidad de 4,574 g/min. Veinticinco minutos después del inicio de la alimentación de la preemulsión, la alimentación del iniciador acuoso se agrega a una velocidad de 0,527 g/min. La preemulsión se agrega durante 3,83 horas. La alimentación del iniciador acuoso se agrega durante 3,83 horas. A lo largo de las alimentaciones, la temperatura interna del reactor se mantiene en 80-82° C. Una vez completadas las alimentaciones, el contenido se mantiene a 80° C durante una hora adicional y a continuación se enfrían. El látex se neutraliza con una solución diluida de hidróxido de amonio a un pH de 7,5. Los sólidos finales de látex son el 62,46%. La viscosidad es 1.780 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm). La medición del tamaño de partícula produjo una distribución bimodal. Cuando se prueba mediante la prueba de resistencia al agua caliente descrita anteriormente, se mide un incremento de la opacidad del 3,75%.

Ejemplo 3:

65 Se forma una carga de reactor que contiene 283,52 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 17,65 g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado por Cognis Corp.), 7,44 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos, fabricado por Cytec) en 106,67 g de agua desionizada.

ES 2 698 331 T3

Se prepara una mezcla de monómeros con 771,95 g de acrilato de 2-etilhexilo, 91,93 g de metacrilato de metilo, 45,97 g de estireno y 9,20 g de ácido acrílico y 1,54 g de diacrilato de tetraetilenglicol (100% activo fabricado por Sartomer). La mezcla de monómeros se agrega a la solución preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad está en el intervalo de 1.000-4.000 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm).

Se preparó una solución acuosa de alimentación de iniciador disolviendo 2,67 g de persulfato de potasio en 118,42 g de agua desionizada. Se prepara un iniciador de arranque y consta de 2,67 g de persulfato de potasio.

La carga del reactor se introduce en un reactor de 1,5 litros. La carga del reactor se calienta a 78° C y se agrega el iniciador de arranque. La mezcla se mantiene durante 5 minutos a 78° C. La alimentación de la preemulsión se inicia a la velocidad de 4,576 g/min. Veinticinco minutos después del comienzo de la alimentación de la preemulsión, la alimentación del iniciador acuoso se agrega a una velocidad de 0,526 g/min. La preemulsión se agrega durante 3,83 horas. La alimentación del iniciador acuoso se agrega durante 3,83 horas. A lo largo de las alimentaciones, la temperatura interna del reactor se mantiene a 80-82° C. Una vez completadas las alimentaciones, el contenido se mantiene a 80° C durante una hora adicional y a continuación se enfrían. El látex se neutraliza con una solución diluida de hidróxido de amonio a un pH de 7,5. Los sólidos finales de látex son el 62,5%. La viscosidad es de 1.560 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm). Las mediciones del tamaño de partícula produjeron una distribución bimodal. Cuando se prueba mediante la prueba de resistencia al agua caliente descrita anteriormente, se mide un incremento de la opacidad del 6,9%.

Ejemplo 4:

Se forma una carga de reactor que contiene 283,52 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 22,06 g de Igepai CO-887 (70% de sólidos, fabricado por Rhodia), 7,44 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos, fabricado por Cytec) en 106,67 g de agua desionizada.

Se prepara una mezcla de monómeros con 771,95 g de acrilato de 2-etilhexilo, 91,93 g de metacrilato de metilo, 45,97 g de estireno y 9,20 g de ácido acrílico. La mezcla de monómeros se agrega a la solución preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad está en el intervalo de 1.000-4.000 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm).

Se prepara una solución acuosa de alimentación de iniciador disolviendo 2,67 g de persulfato de potasio en 118,42 g de agua desionizada. Se prepara un iniciador de arranque y consta de 2,67 g de persulfato de potasio.

La carga del reactor se introduce en un reactor de 1,5 litros. La carga del reactor se calienta a 78° C y se agrega el iniciador de arranque. La mezcla se mantiene durante cinco minutos a 78° C. La alimentación de la preemulsión se inicia a la velocidad de 4,576 g/min. Veinticinco minutos después del comienzo de la alimentación de la preemulsión, la alimentación del iniciador acuoso se agrega a una velocidad de 0,526 g/min. La preemulsión se agrega durante 3,83 horas. La alimentación del iniciador acuoso se agrega durante 3,83 horas. A lo largo de las alimentaciones, la temperatura interna del reactor se mantiene a 80-82° C. Una vez completadas las alimentaciones, el contenido se mantiene a 80° C durante una hora adicional y a continuación se enfrían. El látex se neutraliza con una solución diluida de hidróxido de amonio a un pH de 7,5. Los sólidos finales de látex son el 62,39%. La viscosidad es de 1.340 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm). Las mediciones del tamaño de partícula produjeron una distribución bimodal. Cuando se prueba mediante la prueba de resistencia al agua caliente descrita anteriormente, se mide un incremento de la opacidad del 6,9%.

Ejemplo 5:

Se forma una carga de reactor que contiene 283,52 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 23,09 g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado Cognis Corp.) en 117,4 g de agua desionizada.

Se prepara una mezcla de monómeros con 773,95 g de acrilato de 2-etilhexilo, 91,93 g de metacrilato de metilo, 45,97 g de estireno y 9,20 g de ácido acrílico. La mezcla de monómeros se agrega a la solución preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad está en el intervalo de 1.000-4.000 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm).

Se prepara una solución acuosa de alimentación de iniciador disolviendo 2,67 g de persulfato de potasio en 118,42 g de agua desionizada. Se preparó un iniciador de arranque y constaba de 2,67 g de persulfato de potasio.

La carga del reactor se introduce en un reactor de 1,5 litros. La carga del reactor se calienta a 78° C y se agrega el iniciador de arranque. La mezcla se mantiene durante cinco minutos a 78° C. La alimentación de la preemulsión se inicia a la velocidad de 4,576 g/min. Veinticinco minutos después del comienzo de la alimentación de la preemulsión, la alimentación del iniciador acuoso se agrega a una velocidad de 0,526 g/min. La preemulsión se agrega durante 3,83 horas. La alimentación del iniciador acuoso se agrega durante 3,83 horas. A lo largo de las alimentaciones, la temperatura interna del reactor se mantiene a 80-82° C. Una vez completadas las alimentaciones, el contenido se mantiene a 80° C durante una hora adicional y a continuación se enfrían. El látex se neutraliza con una solución diluida de hidróxido de amonio a un pH de 7,5. Los sólidos finales de látex son el 62,95%. La viscosidad es de 1.050 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm). El tamaño de partícula produjo una distribución bimodal. Cuando se prueba

mediante la prueba de resistencia al agua caliente descrita anteriormente, se mide un incremento de la opacidad del 8,35%.

Ejemplo 6:

5 Se forma una carga de reactor que contiene 283,81 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 17,65 g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado por Cognis Corp.), 7,45 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos, fabricado por Cytex) en 106,78 g de agua desionizada.

10 Se prepara una mezcla de monómeros con 772,74 g de acrilato de 2-etilhexilo, 92,03 g de metacrilato de metilo, 46,01 g de estireno y 9,20 g de ácido acrílico. La mezcla de monómeros se agrega a la solución preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad está en el intervalo de 1.000-4.000 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm).

15 Se prepara una solución acuosa de alimentación de iniciador disolviendo 2,26 g de persulfato de amonio en 118,54 g de agua desionizada. Se prepara un iniciador de arranque y consta de 2,26 g de persulfato de potasio.

20 La carga del reactor se introduce en un reactor de 1,5 litros. La carga del reactor se calienta a 78° C y se agrega el iniciador de arranque. La mezcla se mantiene durante cinco minutos a 78° C. La alimentación de la preemulsión se inicia a la velocidad de 4,574 g/min. Veinticinco minutos después del comienzo de la alimentación de la preemulsión, la alimentación del iniciador acuoso se agrega a una velocidad de 0,527 g/min. La preemulsión se agrega durante 3,83 horas. La alimentación del iniciador acuoso se agrega durante 3,83 horas. A lo largo de las alimentaciones, la temperatura interna del reactor se mantiene a 80-82° C. Una vez completadas las alimentaciones, el contenido se mantiene a 80° C durante una hora adicional y a continuación se enfrían. El látex se neutraliza con una solución diluida de hidróxido de amonio a un pH de 7,5. Los sólidos finales de látex son el 62,946%. La viscosidad es de 1.120 cps (Brookfield, RV, # 3/12 rpm) y el tamaño de partícula produjo una distribución bimodal. Cuando se prueba mediante la prueba de resistencia al agua caliente descrita anteriormente, se mide un incremento de la opacidad del 2,85%.

Ejemplo 7:

30 Se forma una carga de reactor que contiene 40,0 g de polímero en emulsión de 100 nm (comúnmente conocido como una semilla o semilla de preforma) en 185,0 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 15,34 g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado por Cognis), 6,48 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos) en 120,0 g de agua desionizada. Se prepara una mezcla de monómeros con 669,38 g de acrilato de 2-etilhexilo (2-EHA), 79,69 g de metacrilato de metilo, 39,84 g de estireno y 7,97 g de ácido acrílico (AA). La mezcla de monómeros se agrega a la solución jabonosa preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad es aproximadamente 2.000 cps (Brookfield, RV, # 3 12 rpm). Se prepara una solución de coalimentación disolviendo 3,19 g de persulfato de potasio en 156,0 g de agua desionizada. Se prepara una solución inicial de iniciador de arranque disolviendo 1,43 g de persulfato de potasio en 47,5 g de agua desionizada. La carga del reactor se agrega a un reactor encamisado de 1,5 litros que se ha purgado con nitrógeno. La carga del reactor se mantiene a 82° C y se agrega la solución del iniciador de arranque. La mezcla se mantiene durante cinco minutos a 80° C. La alimentación de la preemulsión se inicia a una velocidad de 4,0 g/min. Después de veinticinco minutos, la coalimentación del iniciador se inicia a una velocidad de 0,69 g/min. La preemulsión se alimenta durante un período de cuatro horas. Durante las alimentaciones, la temperatura dentro del reactor se mantiene a aproximadamente 80° C. Una vez que se completan todas las alimentaciones, el contenido se mantiene a aproximadamente 80° C durante una hora y a continuación se enfría. El látex se neutraliza con hidróxido de amonio diluido a un pH de 7,0. Los sólidos finales de látex son el 58,3%. La viscosidad es de 400 cps (Brookfield RV # 4 a 20 rpm). El diámetro de partícula promedio es 383 nm. Cuando se prueba mediante la prueba de inmersión en agua caliente descrita anteriormente, se mide un incremento de la opacidad del 3,8%.

Ejemplo comparativo 8:

50 Se forma una carga de reactor que contiene 5,4 g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado por Cognis), 2,24 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos) en 450,0 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 5,4 g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado por Cognis), 2,24 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos) en 120,0 g de agua desionizada. Se prepara una mezcla de monómeros con 504,0 g de 2-EHA, 60,0 g de MMA, 30,0 g de estireno y 6,0 g de AA. La mezcla de monómeros se agrega a la solución jabonosa preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad es aproximadamente 2.000 cps (Brookfield, RV, 3 #12). La carga del reactor se agrega a un reactor encamisado de 1,5 litros que se purga con nitrógeno. La carga del reactor se mantiene a 82° C y se agregan 3,8 g de persulfato de potasio. La mezcla se mantiene durante cinco minutos a 80° C. La alimentación de la preemulsión se inicia a una velocidad de 8,1 g/min. La preemulsión se alimenta durante un período de una hora y media. Durante las alimentaciones, la temperatura dentro del reactor se mantiene a aproximadamente 80° C. Una vez que se completan todas las alimentaciones, el contenido se mantiene a aproximadamente 80° C durante una hora y a continuación se enfría. El látex se neutraliza con hidróxido de amonio diluido a un pH de 7,0. Los sólidos finales de látex son el 50,1%. La viscosidad es de 800 cps (Brookfield RV, #4 a 20 rpm). El diámetro de partícula promedio es 154 nm. Cuando se prueba mediante la prueba de resistencia al agua caliente descrita anteriormente, se mide un incremento de la opacidad del 22,2%.

65

Ejemplos 9 y 10:

Los ejemplos 9 y 10 se preparan, en esencia, de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 7, con la excepción de que la cantidad de semilla se incrementó para dar como resultado un tamaño de partícula promedio más pequeño. La figura 1 es un gráfico de los datos presentados en la Tabla 1 a continuación.

5

Tabla 1

Ejemplo	Tamaño de partícula (nm)	Incremento de la Opacidad Delta
7	383	3,8
8	154	22,2
9	292	13,8
10	195	16,5

Ejemplo 11:

10 Se forma una carga del reactor que contiene 41,92 g de polímero en emulsión de 100 nm (comúnmente conocido como una semilla o semilla de preforma) en 183,4 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 16,08 g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado por Cognis) y 6,79 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos) en agua desionizada. Se prepara una mezcla de monómeros con 701,52 g de 2-EHA, 83,52 g de MMA, 41,75 g de estireno y 8,16 g de AA. La mezcla de monómeros se agrega a la solución jabonosa preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad es aproximadamente 1.000-4.000 cps (Brookfield, RV, 3 # 12). Se prepara una solución de coalimentación disolviendo 3,34 g de persulfato de potasio en 163,49 g de agua desionizada. Se prepara una solución inicial de iniciador de arranque disolviendo 1,50 g de potasio en 52,4 g de agua desionizada. La carga del reactor se agrega a un reactor encamisado de 2,0 litros que se ha purgado con nitrógeno. La carga del reactor se mantiene a 82° C y se agrega la solución del iniciador de arranque. La mezcla se mantiene durante cinco minutos a 80° C. La alimentación de la preemulsión se inicia a una velocidad de 2,9 g/min. Después de veinticinco minutos, la coalimentación del iniciador se inicia a una velocidad de 0,47 g/min. La preemulsión se alimenta durante un período de 5,83 horas. Durante las alimentaciones, la temperatura dentro del reactor se mantiene a aproximadamente 80° C. Una vez que se completan todas las alimentaciones, el contenido se mantiene a aproximadamente 80° C durante una hora y a continuación se enfría. El látex se neutraliza con hidróxido de amonio diluido a un pH de 7,5. Los sólidos finales de látex son el 58,3%. La viscosidad es 780 cps (Brookfield RV, #4, 20 rpm). El diámetro de partícula promedio es 385 nm. Cuando se prueba mediante la prueba de resistencia al agua caliente descrita anteriormente, se mide un incremento de la opacidad del 0,52%.

25 Otras muestras, A-1, se fabrican con diferentes acrílicos (AA), estireno (Sty) y metacrilato de metilo (MMA) mediante el método procedimiento descrito en el Ejemplo 11. A continuación se muestra en la Tabla 2 los datos que detallan la influencia de los AA, el estireno y el MMA en el incremento de la opacidad después de la inmersión en agua caliente.

30

Tabla 2

Muestra	2-EHA	AA	Sty	MMA	Incremento de la Opacidad
A	83	2	5	10	7,35
B	84	1	10	5	0,29
C	83	2	10	5	5,68
D	84	1	15	0	2,13
E	83	2	15	0	2,03
F	79	1	20	0	
G	74	1	25	0	
H	78	2	15	5	
I	79	1	10	10	

35

Ejemplo 12:

Se forma una carga del reactor que contiene 11,33 g de polímero en emulsión de 70 nm (conocido comúnmente como una semilla o semilla de preforma) en 226,59 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 13,20 g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado por Cognis) y 5,55 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos) en agua desionizada. Se prepara una mezcla de monómeros con 758,39 g de 2-EHA, 45,14 g de MMA, 90,29 g de estireno, 8,83 g de AA y 2,27 g de diacrilato de tetraetilenglicol. La mezcla de monómeros se agrega a la solución jabonosa preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad es aproximadamente 1.000-4.000 cps (Brookfield, RV, 3 #12). Se prepara una solución de coalimentación disolviendo 3,05 g de persulfato de amonio en 107,63 g de agua desionizada. Se prepara una solución inicial de iniciador de arranque disolviendo 1,37 g de persulfato de amonio en 28,32 g de agua desionizada. La carga del reactor se agrega a un reactor encamisado de 2,0 litros que se ha purgado con nitrógeno. La carga del reactor se mantiene a

45

82° C y se agrega la solución del iniciador de arranque. La mezcla se mantiene durante cinco minutos a 80 °C. La alimentación de la preemulsión se inicia a una velocidad de 3,09 g/min. Después de cinco minutos, la coalimentación del iniciador se inicia a una velocidad de 0,299 g/min. La preemulsión se alimenta durante un período de 5,83 horas. Durante las alimentaciones, la temperatura dentro del reactor se mantiene en aproximadamente 80° C. Una vez que se completan todas las alimentaciones, el contenido se mantiene a aproximadamente 80° C durante una hora y a continuación se enfría. El látex se neutraliza con hidróxido de amonio diluido a un pH de 7,5. Los sólidos finales de látex son el 61,5%. La viscosidad es 3.200 cps (Brookfield RV, #3/12). El diámetro de partícula promedio es 385 nm. Cuando se prueba mediante la prueba de resistencia al agua caliente descrita anteriormente, se mide un incremento de la opacidad del 3,21%.

Ejemplo 13:

Se forma una carga del reactor que contiene 10,73 g de polímero en emulsión de 70 nm (comúnmente conocido como una semilla o semilla de preforma) en 225,37 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 12,5 g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado por Cognis) y 5,25 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos) en 171,69 g en agua destilada. Se prepara una mezcla de monómeros con 719,56 g de 2-EHA, 128,5 g de MMA, 8,57 g de AA y 3,51 g de n-dodecil mercaptano (nDDM). La mezcla de monómeros se agrega a la solución jabonosa preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad es aproximadamente 2.000 cps (Brookfield, RV, 3 #12). Se prepara una solución de coalimentación disolviendo 2,89 g de persulfato de amonio en 167,4 g de agua desionizada. Se prepara una solución inicial de iniciador de arranque disolviendo 1,3 g de potasio en 26,83 g de agua desionizada. La carga del reactor se agrega a un reactor encamisado de 2,0 litros que se ha purgado con nitrógeno. La carga del reactor se mantiene a 82° C y se agrega la solución del iniciador de arranque. La mezcla se mantiene durante cinco minutos a 82° C. La alimentación preemulsión se inicia a una velocidad de 5,81 g/min. Después de cinco minutos, la coalimentación del iniciador se inicia a una velocidad de 0,895 g/min. La preemulsión se alimenta durante un período de cinco horas y cincuenta minutos. Durante las alimentaciones, la temperatura dentro del reactor se mantiene a aproximadamente 82° C. Una vez completadas todas las alimentaciones, el contenido se mantiene a aproximadamente 82° C durante una hora y a continuación se enfría. El látex se neutraliza con hidróxido de amonio diluido a un pH de 7,0. Los sólidos finales de látex son el 58,5% y la opacidad delta es el 2,1%.

Ejemplo 14:

Se forma una carga del reactor que contiene 10,73 g de polímero en emulsión de 70 nm (comúnmente conocido como una semilla o semilla de preforma) y 0,04 g de EDTA Fe²⁺ en 225,37 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 12,5 g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado por Cognis), 5,25 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos) y 0,86 g de Bruggeman FF-6 en 171,69 g en agua desionizada. Se prepara una mezcla de monómeros de 719,56 g de 2-EHA, 128,5 g de MMA, 1,76 g de nDDM y 8,57 g de AA. La mezcla de monómeros se agrega a la solución jabonosa preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad es aproximadamente 2.000 cps (Brookfield, RV, 3 #12). Se prepara una solución de coalimentación disolviendo 6,85 g de persulfato de amonio en 167,4 g de agua desionizada. Se agrega la carga del reactor a un reactor encamisado de 2,0 litros que se ha purgado con nitrógeno. La carga del reactor se mantiene a 40° C y la solución de coalimentación se inicia a 0,85 g/min. Simultáneamente, la alimentación de preemulsión se inicia a una velocidad de 5,81 g/min. La preemulsión se alimenta durante un período de cinco horas y cincuenta minutos. Durante las alimentaciones, la temperatura dentro del reactor se mantiene a aproximadamente 40° C. Una vez completadas todas las alimentaciones, el contenido se mantiene a aproximadamente 40° C durante media hora y a continuación se enfría. El látex se neutraliza con hidróxido de amonio diluido a un pH de 7,0. Los sólidos de látex finales son el 60,1%.

Ejemplo 15:

Se forma una carga de reactor que contiene 10,73 g de polímero en emulsión de 70 nm (comúnmente conocido como una semilla o semilla de preforma) y 0,04 g de EDTA Fe²⁺ en 225,37 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 12,5 g de Disponil AFX-1080 (80% de sólidos, fabricado por Cognis), 5,25 g de Aerosol OT-75 (75% de sólidos) y 0,86 g de Bruggeman FF-6 en 171,69 g de agua desionizada. Se prepara una mezcla de monómeros de 719,56 g de 2-EHA, 85,66 g de MMA, 42,83 g de estireno y 8,57 g de AA. La mezcla de monómeros se agrega a la solución jabonosa preemulsión con la mezcla y se agita hasta que la viscosidad es aproximadamente 2.000 cps (Brookfield, RV, 3 #12). Se prepara una solución de prealimentación disolviendo 6,85 g de persulfato de amonio en 167,4 g de agua desionizada. La carga del reactor se agrega a un reactor encamisado de 2,0 litros que se ha purgado con nitrógeno. La carga del reactor se mantiene a 40° C y la solución de coalimentación se inicia a 0,85 g/min. Simultáneamente, la alimentación de preemulsión se inicia a una velocidad de 5,81 g/min. El preemulsión se alimenta durante un período de cinco horas y cincuenta minutos. Durante las alimentaciones, la temperatura dentro del reactor se mantiene a aproximadamente 40° C. Una vez que se completan todas las alimentaciones, el contenido se mantiene a aproximadamente 40° C durante media hora y a continuación se enfría. El látex se neutraliza con hidróxido de amonio diluido a un pH de 7,0. Los sólidos finales de látex son el 60,1%.

Ejemplo 16:

Se forma una carga de reactor que contiene 4,33 g de persulfato de potasio en 511,50 g de agua desionizada. Se forma una solución jabonosa de alimentación preemulsión disolviendo 69,95 g de Disponil FES0993 y 12,09 g de

5 Hidropalat 875 en 199,86 g de agua desionizada. Se prepara una mezcla de monómeros con 1254,80 g de 2-EHA, 149,44 g de MMA, 74,72 g de estireno y 14,94 g de ácido acrílico. A la mezcla de monómeros se agregan 0,26 g de n-dodecil mercaptano. La mezcla de monómeros se agrega a la solución jabonosa preemulsión con la mezcla. Se prepara una alimentación de iniciador disolviendo 129,81 g de persulfato de amonio en 129,81 g de agua desionizada. La carga del reactor se agrega a un reactor encamisado que se ha purgado con nitrógeno. La carga del reactor se mantiene a 78° C y la alimentación de la preemulsión se inicia a 6,5 g/min. Después de aproximadamente 25 minutos, se inicia la alimentación del iniciador a 0,6 g/min. Una vez completadas las alimentaciones, el contenido se mantiene aproximadamente a 78-81° C durante una hora y a continuación se enfría. El látex se neutraliza con 19,39 g de una solución de hidróxido de amonio al 12%. Se agrega un biocida, Acticide LA, en una cantidad de 2,33 g cuando el látex se ha enfriado por debajo de 38° C.

15 Cuando se utilizan, los adhesivos sensibles a la presión de la invención se pueden emplear como parte de una superficie frontal o laminado de etiquetas y el PSA se proporciona como una etiqueta o cinta auto envuelta. En una forma de realización, el PSA en emulsión acrílica se aplica a una superficie frontal polimérica transparente para formar una etiqueta transparente. La superficie frontal polimérica puede ser una película de poliolefina, poliéster, cloruro de polivinilo, policarbonato o una construcción multicapa que comprende capas del mismo o diferentes polímeros. Las películas multicapa pueden ser películas coextruidas. Ejemplos de películas multicapa disponibles comercialmente incluyen la película FasClear® y la película Primax® de Avery Dennison Corp. La etiqueta puede comprender un recubrimiento antiadherente adherido al PSA en emulsión acrílica. Las cintas o etiquetas se pueden aplicar a sustratos transparentes tales como botellas y recipientes de vidrio o plástico y similares.

25 En una forma de realización, la etiqueta comprende una superficie frontal transparente de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP) de 2 mil con una capa adhesiva adherida a la misma. Se puede adherir un recubrimiento antiadherente de tereftalato de polietileno (PET) de 1 mil a la superficie de la capa adhesiva opuesta a la cara frontal. La capa adhesiva se puede aplicar directamente a la superficie frontal, o se puede recubrir sobre el recubrimiento antiadherente y a continuación se lamina a la superficie frontal.

REIVINDICACIONES

1. Un polímero adhesivo sensible a la presión acrílico resistente al agua formado mediante la polimerización en emulsión de una mezcla de monómeros que comprende

al menos un éster de acrilato de alquilo de un alcohol que contiene de 4 a 8 átomos de carbono en la cadena de alquilo;

al menos un monómero polar; y

al menos un monómero copolimerizable seleccionado a partir de (a) monómeros de estireno y derivados de estireno o (b) metacrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, acetato de vinilo y combinaciones de dos o más de los mismos, en donde el monómero de (b) se utiliza con un agente de transferencia de cadena, en donde el polímero adhesivo sensible a la presión tiene un diámetro de partícula medio volumétrico de al menos 250 nm según se determina mediante dispersión de luz láser y en donde el polímero presenta un aumento de opacidad de menos de aproximadamente el 10% según se determina mediante la prueba de resistencia al agua caliente.

en donde el monómero polar se elige a partir de ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico y combinaciones de dos o más de los mismos, o a partir de acrilato de beta-carboxietilo, succinato de monometacrilato de etilo, ftalato de monometacrilato de etilo, monoacrilato de glicol de polietileno, monoacrilato de glicol de polipropileno, metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxipropilo, acrilato de 2-hidroxietilo, acrilato de 2-hidroxipropilo y combinaciones de dos o más de los mismos.

2. El polímero resistente al agua de la reivindicación 1, en donde el polímero adhesivo sensible a la presión tiene una distribución del tamaño de partícula bimodal.

3. El polímero resistente al agua de la reivindicación 1 ó 2, en donde el éster de acrilato de alquilo de un alcohol comprende acrilato de 2-etilhexilo.

4. El polímero resistente al agua de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el monómero copolimerizable comprende al menos un monómero de estireno o derivado de estireno, en donde el estireno o derivado de estireno se elige a partir de estireno, estireno de butilo terciario, estireno de dimetilo, tolueno de vinilo y combinaciones de dos o más de los mismos.

5. El polímero resistente al agua de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el monómero copolimerizable se elige a partir de metacrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, acetato de vinilo y combinaciones de dos o más de los mismos.

6. El polímero resistente al agua de la reivindicación 5, en donde los agentes de transferencia de cadena comprenden n-dodecil mercaptano.

7. El polímero resistente al agua de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la polimerización se lleva a cabo en presencia de al menos un tensioactivo no iónico y/o al menos un tensioactivo aniónico.

8. El polímero resistente al agua de la reivindicación 7, en donde la proporción en peso del tensioactivo no iónico con el tensioactivo aniónico es aproximadamente de 1,5:1 a aproximadamente 4:1.

9. El polímero resistente al agua de la reivindicación 7, en donde el tensioactivo no iónico se elige a partir de alcohol graso modificado o etoxilato ácido, etoxilato de fenol alquilo, éter de polioxietileno de fenol alquilo, éter de polioxietileno de alquilo y combinaciones de dos o más de los mismos.

10. El polímero resistente al agua de la reivindicación 8, en donde el tensioactivo aniónico se elige a partir de sales de etanoles de poli(etileno) fenoxi de octilo u nonilo sulfatadas, sulfonato de alquilo, sulfosuccinato de alquilo, sulfato de polioxietileno de alquilo, sulfato de polioxietileno de alquilo, sulfato de polioxietileno de alquilo de fenol de éter y combinaciones de dos o más de los mismas.

11. El polímero resistente al agua de la reivindicación 4, en donde la mezcla de monómeros comprende además al menos un monómero seleccionado a partir de metacrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, acetato de vinilo y combinaciones de dos o más de los mismos.

12. El polímero resistente al agua de la reivindicación 1, que comprende aproximadamente del 55% a aproximadamente el 98% en peso en base al peso total de monómeros del al menos un éster de acrilato de alquilo de un alcohol que contiene de 4 a 8 átomos de carbono en la cadena de alquilo; aproximadamente del 0,5% a aproximadamente el 5% en peso en base al peso total de monómeros de el al menos un monómero polar; y aproximadamente del 1% a aproximadamente el 25% en peso en base al peso total de monómeros de al menos un monómero copolimerizable de estireno o derivado de estireno.

- 5 13. El polímero resistente al agua de la reivindicación 1, que comprende aproximadamente del 50% a aproximadamente el 99% en peso en base al peso total de monómeros de al menos un éster de acrilato de alquilo de un alcohol que contiene de 4 a 8 átomos de carbono en la cadena de alquilo; aproximadamente del 0,5% a aproximadamente el 3% en peso en base al peso total de monómeros de el al menos un monómero polar; aproximadamente del 5% a aproximadamente el 50% en peso en base al peso total de monómeros de el al menos un monómero copolimerizable seleccionado a partir de metacrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, acetato de vinilo y combinaciones de dos o más de los mismos, aproximadamente del 0,01% a aproximadamente el 0,5% en peso de un agente de transferencia de cadena.
- 10
- 15 14. El polímero resistente al agua de la reivindicación 1, que comprende aproximadamente del 75% a aproximadamente el 90% en peso en base al peso total de monómeros de al menos un éster de acrilato de alquilo de un alcohol que contiene de 4 a 8 átomos de carbono en la cadena de alquilo; aproximadamente del 1,0% a aproximadamente el 3% en peso en base al peso total de monómeros del al menos un monómero polar; aproximadamente del 1% a aproximadamente el 15% en peso en base al peso total de monómeros de al menos uno de monómero copolimerizable de estireno o derivado de estireno; de aproximadamente 0 a aproximadamente el 20% en peso en base al peso total de monómeros de al menos un monómero copolimerizable seleccionado a partir de metacrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, acetato de vinilo y combinaciones de dos o más de los mismos.
- 20
- 25 15. El polímero resistente al agua de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en donde el polímero presenta un aumento de opacidad de menos de aproximadamente el 5% según se determina mediante la prueba de resistencia al agua fría.
16. Una etiqueta que comprende una superficie frontal y un adhesivo sensible a la presión que comprende el polímero resistente al agua de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15.

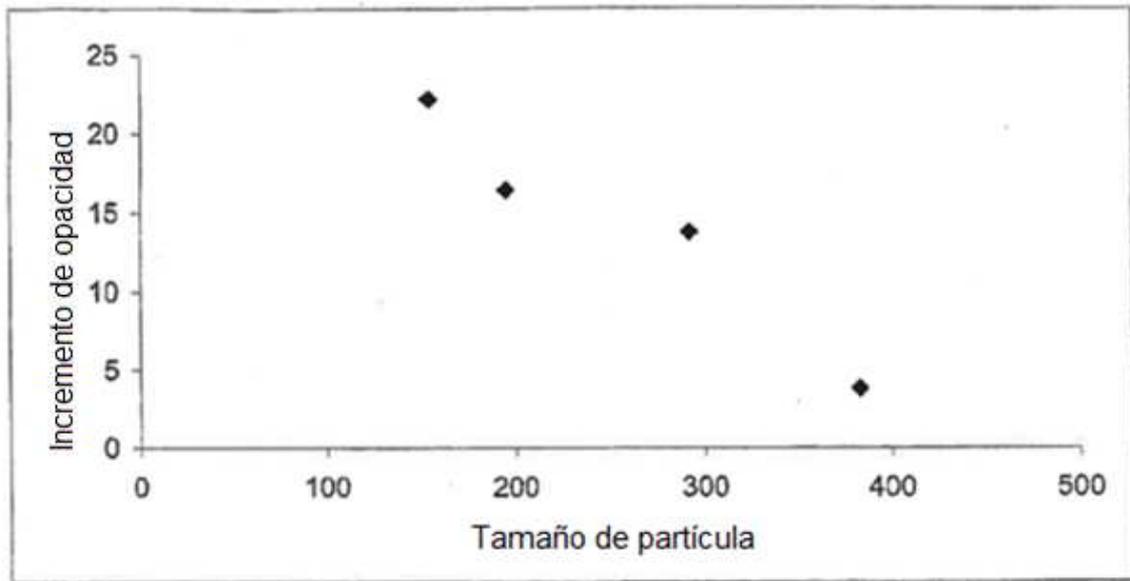


Figura 1