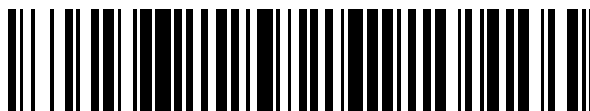


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 786 008**

51 Int. Cl.:

C09J 123/08 (2006.01)

C09J 151/00 (2006.01)

C08L 23/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.03.2013 PCT/US2013/031456**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.12.2013 WO13187968**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.03.2013 E 13712118 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.03.2020 EP 2861685**

54 Título: **Composiciones adhesivas que contienen polímeros basados en etileno modificados**

30 Prioridad:

15.06.2012 WO PCT/CN2012/076986

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

08.10.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**CHEN, LIVIA LI WEN;
YALVAC, SELIM y
RICKEY, CYNTHIA L.**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 786 008 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 polímeros basados en etileno modificados

Antecedentes

5 Los adhesivos termofusibles basados en poliolefinas han experimentado un crecimiento considerable en la última década, debido a su buen rendimiento, procesabilidad y, en algunos casos, beneficios de costes. En la publicación de EE.UU. 2010/0160497 se describen formulaciones adhesivas. Sin embargo, a pesar de su éxito, ha habido bolsas ocasionales de aplicaciones donde ha sido un desafío la adhesión a ciertos sustratos "difíciles de unir". Tales sustratos incluyen típicamente sustratos recubiertos y sustratos hechos de papel reciclado. Más específicamente, los sustratos "difíciles de unir" están representados por materiales tales como recubrimientos de arcilla, recubrimientos de cera, 10 películas y recubrimientos de polietileno, películas y recubrimientos de polipropileno, polipropileno orientado biaxialmente (BOPP), tereftalato de polietileno (PET) o papel Kraft recubierto de laca.

15 Los documentos EP 2 363 445 A1, EP 0 803 559 A1 y WO 2011/153540 A1 describen composiciones adhesivas basadas en polímeros de etileno y polímeros de poliolefinas opcionalmente funcionalizados. Debido que estos sustratos son estéticamente más atractivos, se están convirtiendo, cada vez más, en los sustratos elegidos por muchas empresas con fines comerciales. Existe la necesidad de nuevas composiciones adhesivas que tengan una adhesión mejorada a sustratos "difíciles de unir". Estas necesidades han sido satisfechas por la siguiente invención.

Sumario de la invención

La invención proporciona una composición según las reivindicaciones 1 a 8 y un artículo según las reivindicaciones 9 a 12 que comprende la composición de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.

20 Descripción detallada

Como se ha discutido anteriormente, la invención según las reivindicaciones 1 a 8 proporciona una composición que comprende lo siguiente:

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

25 i) una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que o igual a 50.000 mPa-s (50.000 cP), medida de acuerdo con la norma ASTM D 3236 (177 °C (350 °F)),

ii) MWD de 1,5 a 5, medido como se describe en la memoria descriptiva, y

iii) una densidad de 0,855 a 0,900 g/cc;

B) un agente de pegajosidad;

30 C) una cera; y

que comprende adicionalmente D) un interpolímero de etileno/alfa-olefina; en donde el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene al menos una de las siguientes propiedades:

35 i) una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que 50.000 mPa-s (50.000 cP), medida de acuerdo con la norma ASTM D 3236 (177 °C (350 °F)).

ii) MWD de 1,2 a 3, medido como se describe en la memoria descriptiva, y

iii) una densidad de 0,855 a 0,900 g/cc;

en donde la relación en peso del componente A al componente D (A/D) es igual a 3.

La composición inventiva puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en este documento.

40 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico. Las α -olefinas preferidas incluyen, pero no se limitan a, α -olefinas de C3-C20, y preferiblemente α -olefinas de 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.

45 En una realización, el componente A es un interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y ácido carboxílico. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.

- 5 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del Componente A comprende mayor que, o igual a 0,5 por ciento en peso, adicionalmente mayor que, o igual a 0,7 por ciento en peso, adicionalmente mayor que, o igual a 0,8 por ciento en peso, adicionalmente mayor que o igual a 0,9 por ciento en peso y adicionalmente mayor que o igual a 1,0 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/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.
- 10 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del Componente A comprende de 0,9 a 1,5 por ciento en peso, adicionalmente de 0,9 a 1,4 por ciento en peso, adicionalmente de 0,9 a 1,3 por ciento en peso de la funcionalidad anhídrido y/o ácido carboxílico, basada en el peso del polímero. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.
- 15 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del Componente A tiene una viscosidad en estado fundido menor que o igual a 40.000 cP, adicionalmente menor que o igual a 30.000 cP, adicionalmente menor que, o igual a 20.000 cP, y adicionalmente menor que o igual a 15.000 cP, a 350 °F (177 °C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.
- 20 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-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, adicionalmente mayor que o igual a 3.000 cP, adicionalmente mayor que o igual a 4.000 cP y adicionalmente mayor que o igual a 5.000 cP a 350 °F (177 °C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.
- 25 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene una viscosidad en estado fundido de 2.000 cP a 50.000 cP, adicionalmente de 3.000 cP a 40.000 cP, adicionalmente de 4.000 cP a 30.000 cP, a 350 °F (177 °C), y adicionalmente de 5.000 cP a 20.000 cP, a 350 °F (177 °C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.
- 30 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) menor que, o igual a 5,0, adicionalmente menor que o igual a 4,0, adicionalmente menor que o igual a 3,0, y adicionalmente menor que o igual a 2,5. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.
- 35 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) menor que o igual a 3,0, adicionalmente menor que o igual a, 2,9, adicionalmente menor que o igual a 2,8. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.
- 40 El interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) mayor que o igual a 1,5. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.
- 45 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) mayor que o igual a 2,0, adicionalmente mayor que o igual a 2,2, y adicionalmente mayor que o igual a 2,5. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.
- 50 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) menor que o igual a 50.000 g/mol, adicionalmente menor que o igual a 40.000 g/mol, adicionalmente menor que o igual a 30.000 g/mol. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-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/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) mayor que ual a 2.000 g/mol, adicionalmente mayor que o igual a 3.000 g/mol, adicionalmente mayor que o igual a 4.000 g/mol. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/ α -olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.
- En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene un

índice de fusión (I₂), o índice de fusión calculado (I₂), mayor que o igual a 300 g/10 min, adicionalmente mayor que o igual a 400 g/10 min, y más adicionalmente mayor que o igual a 500 g/10 min. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/α-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.

5 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene un índice de fusión (I₂), o índice de fusión calculado (I₂), menor que o igual a 1.500 g/10 min, adicionalmente menor que o igual a 1.200 g/10 min, y más adicionalmente menor que o igual a 1000 g/10 min. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/α-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.

10 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene un porcentaje de cristalinidad de menor que o igual a 40 por ciento, adicionalmente menor que o igual a 35 por ciento, adicionalmente menor que o igual a 30 por ciento, adicionalmente menor que o igual a 25 por ciento, y adicionalmente menor que o igual a 20 por ciento, según lo determinado por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/α-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.

15 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene un porcentaje de cristalinidad mayor que o igual a 2 por ciento, adicionalmente mayor que o igual a 5 por ciento, y adicionalmente mayor que o igual a 10 por ciento, según lo determinado por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/α-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.

El interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene una densidad mayor que o igual a 0,855 g/cc, y adicionalmente mayor que o igual a 0,860 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/α-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.

25 El interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene una densidad menor que o igual a 0,900 g/cc, adicionalmente menor que o igual a 0,895 g/cc y adicionalmente menor que o igual a 0,890 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/α-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.

30 El interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico tiene una densidad de 0,855 g/cm³ a 0,900 g/cm³, adicionalmente de 0,860 g/cm³ a 0,895 g/cm³, y adicionalmente de 0,865 g/cm³ a 0,890 g/cm³. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/α-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.

Los copolímeros funcionalizados adecuados incluyen copolímeros injertados con MAH (por ejemplo, plastómero de poliolefina AFFINITY GA 1000R, disponible de The Dow Chemical Company).

35 En una realización, la composición comprende de 20 al 60 por ciento en peso, y adicionalmente de 30 a 50 por ciento en peso del componente A, basado en el peso de la composición.

Un interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describen en el presente documento.

40 Un copolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describen en el presente documento.

45 En una realización, la composición comprende adicionalmente el componente D) un interpolímero de etileno/alfa-olefina, y adicionalmente un copolímero de etileno/alfa-olefina. Las α-olefinas preferidas incluyen, pero no se limitan a, α-olefinas de C3-C20, y preferiblemente α-olefinas de 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.

El interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene al menos una de las siguientes propiedades:

i) una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que 50.000 cP,

ii) MWD de 1,2 a 3, y

50 iii) una densidad de 0,855 a 0,900 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/alfa-olefina.

En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene al menos dos de las siguientes propiedades:

- i) una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que 50.000 cP,
 - ii) MWD de 1,2 a 3, y
 - iii) una densidad de 0,855 a 0,900 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/alfa-olefina.
- 5 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene las siguientes propiedades:
- i) una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que 50.000 cP,
 - ii) MWD de 1,2 a 3, y
 - iii) una densidad de 0,855 a 0,900 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/alfa-olefina.
- 10 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del Componente D tiene una viscosidad en estado fundido menor que o igual a 40.000 cP, adicionalmente menor que o igual a 30.000 cP, adicionalmente menor que o igual a 20.000 cP, y adicionalmente menor que o igual a 15.000 cP, a 350 °F (177 °C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.
- 15 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del Componente D tiene una viscosidad en estado fundido mayor que o igual a 2.000 cP, adicionalmente mayor que o igual a 3.000 cP, adicionalmente mayor que o igual a 4.000 cP, y adicionalmente mayor que o igual a 5.000 cP, a 350 °F (177 °C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.
- 20 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene una viscosidad en estado fundido de 2.000 cP a 50.000 cP, adicionalmente de 3.000 cP a 40.000 cP, adicionalmente de 4.000 cP a 30.000 cP a 350 °F (177 °C), y adicionalmente de 5.000 cP a 20.000 cP, a 350 °F (177 °C). En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.
- El interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) menor que o igual a 3,0, adicionalmente menor que o igual a 2,5, y adicionalmente menor que o igual a 2,3. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.
- 25 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) mayor que o igual a 1,3, adicionalmente mayor que o igual a 1,5 y adicionalmente mayor que o igual a 1,7. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.
- 30 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene una distribución de peso molecular promedio en peso (Mw) menor que o igual a 40.000 g/mol, adicionalmente menor que o igual a 30.000 g/mol, adicionalmente menor que o igual a 25.000 g/mol. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.
- 35 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene una distribución de peso molecular promedio en peso (Mw) mayor que o igual a 2.000 g/mol, adicionalmente mayor que o igual a 3.000 g/mol, adicionalmente mayor que o igual a 4.000 g/mol. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.
- 40 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene un índice de fusión (I2 o MI), o un índice de fusión calculado (I2 o MI), mayor que o igual a 400 g/10 min, adicionalmente mayor que o igual a 600 g/10 min, y más adicionalmente mayor que o igual a 800 g/10 min. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.
- 45 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene un índice de fusión (I2 o MI), o un índice de fusión calculado (I2 o MI), menor que o igual a 2.000 g/10 min, adicionalmente menor que o igual a 1.500 g/10 min, y más adicionalmente menor que o igual a 1.200 g/10 min. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.
- 50 En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene un porcentaje de cristalinidad menor que o igual a 40 por ciento, adicionalmente menor que o igual a 35 por ciento, adicionalmente menor que o igual a 30 por ciento, adicionalmente menor que o igual al 25 por ciento y adicionalmente menor que o igual al 20 por ciento, según lo determinado por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.
- En una realización, el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene un porcentaje de cristalinidad mayor que o igual a 2 por ciento, adicionalmente mayor que o igual a 5 por ciento, y adicionalmente mayor que o igual a 10 por ciento, según lo determinado por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

El interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene una densidad mayor que o igual a 0,855 g/cc, mayor que o igual a 0,860 g/cc, adicionalmente mayor que o igual a 0,865 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

5 El interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene una densidad menor que o igual a 0,900 g/cc, adicionalmente menor que o igual a 0,895 g/cc y adicionalmente menor que o igual a 0,890 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

El interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene una densidad de 0,855 g/cm³ a 0,900 g/cm³, adicionalmente de 0,860 g/cm³ a 0,895 g/cm³, y adicionalmente de 0,865 g/cm³ a 0,890 g/cm³. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

10 En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina del componente D es un interpolímero lineal homogéneamente ramificado, y preferiblemente un copolímero, o un interpolímero homogéneo ramificado sustancialmente lineal y preferiblemente un copolímero.

En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina del componente D es un interpolímero lineal homogéneamente ramificado, y preferiblemente un copolímero.

15 En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina del componente D es un interpolímero homogéneo ramificado sustancialmente lineal, y preferiblemente un copolímero.

20 Algunos ejemplos de interpolímeros de etileno/α-olefina incluyen plastómeros de poliolefina AFFINITY GA, disponibles de The Dow Chemical Company, y polímeros LICOCENE Performance 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.

En una realización, la composición comprende de "mayor que 0" a 60 por ciento en peso, adicionalmente de 5 a 50 por ciento en peso, y adicionalmente de 10 a 50 por ciento en peso, del componente D, basado en el peso de la composición.

La relación en peso del componente A al componente D (A/D) es igual a 3.

25 El interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en el presente documento.

El copolímero de etileno/alfa-olefina del componente D puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en este documento.

30 Las resinas con pegajosidad ilustrativas incluyen, pero no se limitan a, hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos y aromáticos e hidrocarburos modificados y versiones hidrogenadas; terpenos y terpenos modificados y versiones hidrogenadas; y colofonias y derivados de colofonia y versiones hidrogenadas; y mezclas de los mismos. Los agentes de pegajosidad adecuados incluyen, pero no se limitan a, EASTOTAC H100 y EASTOTAC H115, cada uno disponible de Eastman Chemical.

35 En una realización, la composición comprende del 10 al 60 por ciento en peso, y adicionalmente de 10 a 40 por ciento en peso del agente de pegajosidad. En una realización adicional, el agente de pegajosidad es un hidrocarburo, y adicionalmente un hidrocarburo hidrogenado.

40 Las ceras incluyen, pero no se limitan a, ceras de parafina, ceras microcristalinas, ceras de polietileno de alta densidad y bajo peso molecular, ceras de polipropileno, ceras degradadas térmicamente, ceras de subproductos de polietileno, ceras Fischer-Tropsch, ceras Fischer-Tropsch oxidadas y ceras funcionalizadas, tales como ceras de hidroxistearamida y ceras de amida grasa. Es común en la técnica usar la terminología "ceras sintéticas de alto punto de fusión" para incluir ceras de polietileno de alta densidad y bajo peso molecular, ceras de subproductos de polietileno y ceras 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 HI de Sasol Wax Company) y ceras Fischer-Tropsch.

45 En una realización, la composición comprende de 10 a 60 por ciento en peso, y adicionalmente de 10 a 40 por ciento en peso, y adicionalmente de 10 a 30 por ciento en peso de la cera.

50 En una realización, la composición comprende mayor que o igual a 0,10 por ciento en peso, adicionalmente mayor que o igual a 0,15 por ciento en peso, y adicionalmente mayor que o igual a 0,20 por ciento en peso de la funcionalidad anhídrido y/o ácido carboxílico, basado en el peso de la composición. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un copolímero de etileno/α-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico.

En una realización, la composición tiene una viscosidad en estado fundido a 177 °C, de 500 a 1000 cP, adicionalmente de 550 a 900 cP, y adicionalmente de 600 a 800 cP.

Una composición inventiva puede comprender una combinación de dos o más realizaciones descritas aquí.

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

5 El agente de pegajosidad del componente B puede comprender una combinación de dos o más realizaciones descritas en este documento.

La cera del componente C puede comprender una combinación de dos o más realizaciones descritas aquí.

El interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D puede comprender una combinación de dos o más realizaciones descritas en este documento.

La invención también proporciona un artículo que comprende una composición inventiva.

10 En una realización adicional, el artículo comprende adicionalmente un sustrato. En una realización adicional, el sustrato se selecciona del grupo que consiste en lo siguiente: sustratos recubiertos, sustratos hechos de papel reciclado y combinaciones de los mismos.

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

- (1) Kraft o cartón recubierto de cera,
- 15 (2) Kraft o cartón recubierto de polietileno,
- (3) Película de BOPP laminada con Kraft o cartón,
- (4) Película de polipropileno (PP) laminada con Kraft o cartón,
- (5) Película de PET laminada con Kraft o cartón,
- (6) Kraft o cartón recubierto de arcilla,
- 20 (7) Kraft o cartón con recubierto de laca, y
- (8) Combinaciones de los mismos (por ejemplo, (1) seguido de (2) o (1) o (4))

Un artículo inventivo puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en este documento.

25 Se ha descubierto que las composiciones de la invención proporcionan un mejor rendimiento adhesivo global, especialmente para la unión a un amplio intervalo de temperaturas (congelador a microondas) y flexibilidad, en comparación con los adhesivos convencionales basados en EVA y poliolefina.

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

El polímero base utilizado para formar el interpolímero de etileno/α-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico es un interpolímero de etileno/α-olefina.

30 Las siguientes realizaciones también pueden aplicarse al copolímero de etileno/alfa-olefina del componente D.

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 de C3-C20 y otras α-olefinas de C3-C10. Las α-olefinas más preferidas incluyen propileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno y 1-octeno, y más adicionalmente incluyen propileno, 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno.

35 El interpolímero de etileno/α-olefina tiene una viscosidad en estado fundido menor que o igual a 50.000 cP, adicionalmente menor que o igual a 40.000 cP y adicionalmente 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.

40 En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina tiene una viscosidad en estado fundido mayor que o igual a 2.000 cP, adicionalmente mayor que o igual a 4.000 cP, y más adicionalmente mayor que 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.

En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina tiene una viscosidad en estado fundido de 2.000 cP a 20.000 cP, adicionalmente de 4.000 cP a 16.000 cP, y adicionalmente 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.

45 El interpolímero de etileno/α-olefina tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) menor que o igual a 5, y adicionalmente menor que o igual a 4, y más adicionalmente menor que o igual a 3. En una realización adicional, el

interpolímero de etileno/α-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

5 En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina tiene un índice de fusión (I2 o MI), o índice de fusión calculado (I2), mayor que o igual a 500 g/10 min, adicionalmente mayor que o igual a 800 g/10 min, y más adicionalmente mayor que o igual a 1.000 g/10 min. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/α-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina tiene un porcentaje de cristalinidad de menor que o igual a 40 por ciento, adicionalmente menor que o igual a, 30 por ciento, y adicionalmente menor que o igual a 20 por ciento, según lo determinado por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/α-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

10 En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina tiene un porcentaje de cristalinidad mayor que o igual a 2 por ciento, adicionalmente mayor que o igual a 5 por ciento, y adicionalmente mayor que o igual a 10 por ciento, según lo determinado por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/α-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

15 En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina tiene un porcentaje de cristalinidad de 2 a 30 por ciento, adicionalmente de 5 a 25 por ciento, y adicionalmente de 10 a 20 por ciento, según lo determinado por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/α-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina tiene un porcentaje de cristalinidad de 10 a 27 por ciento, adicionalmente de 15 a 25 por ciento, y más adicionalmente de 18 a 23 por ciento, según lo determinado por DSC. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/α-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

20 El interpolímero de etileno/α-olefina tiene una densidad mayor que o igual a 0,855 g/cc, adicionalmente mayor que o igual a 0,860 g/cc, más adicionalmente mayor que o igual a 0,865 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/α-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

25 El interpolímero de etileno/α-olefina tiene una densidad menor que o igual a 0,900 g/cc, adicionalmente menor que o igual a 0,895 g/cc, más adicionalmente menor que o igual a 0,890 g/cc. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/α-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

Los interpolímeros de etileno/α-olefina tienen una densidad de 0,855 g/cm³ a 0,900 g/cm³, y adicionalmente de 0,860 g/cm³ a 0,895 g/cm³, y más adicionalmente de 0,865 g/cm³ a 0,890 g/cm³. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/α-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

30 En una realización, los interpolímeros de etileno/α-olefina tienen una densidad de 0,870 g/cm³ a 0,885 g/cm³, y adicionalmente de 0,872 g/cm³ a 0,882 g/cm³, y más adicionalmente de 0,875 g/cm³ a 0,880 g/cm³. En una realización adicional, el interpolímero de etileno/α-olefina es un copolímero de etileno/α-olefina.

35 Algunos ejemplos de copolímeros de etileno/α-olefina incluyen plastómeros de poliolefina AFFINITY GA, disponibles de The Dow Chemical Company, y polímeros LICOCENE Performance, 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.

En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina es un interpolímero lineal homogéneamente ramificado, y adicionalmente un copolímero, o un interpolímero homogéneo lineal sustancialmente ramificado, y adicionalmente un copolímero.

40 En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina es un interpolímero lineal homogéneamente ramificado, y adicionalmente un copolímero.

En una realización, el interpolímero de etileno/α-olefina es un interpolímero lineal homogéneo sustancialmente ramificado, y adicionalmente un copolímero.

45 Los términos "homogéneo" y "homogéneamente ramificado" se usan en referencia a un interpolímero de etileno/α-olefina, en el que el comonomero de α-olefina se distribuye 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.

50 Los interpolímeros de etileno lineales homogéneamente ramificados son polímeros de etileno, que carecen de ramificación de cadena larga, pero tienen ramificaciones de cadena corta, derivadas del comonomero polimerizado en el interpolímero, y que se distribuyen de manera homogénea, tanto dentro de la misma cadena de polímero como entre diferentes cadenas de polímero. Estos interpolímeros de etileno/α-olefina tienen una cadena principal de polímero lineal, ramificación de cadena larga no medible y una distribución estrecha de peso molecular. Esta clase de polímeros es descrita, por ejemplo, por Elston en la patente de EE.UU. No. 3,645,992, y los procesos posteriores para producir tales polímeros, usando catalizadores de bis-metaloceno, se han desarrollado, como se muestra, por ejemplo, en las patentes EP 0 129 368; EP 0 260 999; la patente de EE.UU. No. 4,701,432; la patente de EE.UU. No. 4,937,301; la patente de EE.UU. No. 4,935,397; la patente de EE.UU. No. 5,055,438; y WO 90/07526.

Como se ha discutido, los interpolímeros de etileno lineales homogéneamente ramificados carecen de ramificaciones de cadena larga, tal como es el caso de los polímeros de polietileno lineales de baja densidad o los polímeros de polietileno lineales de alta densidad. Los 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.

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 ramificaciones de cadena larga. Las ramificaciones 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 "0,01 ramificaciones de cadena larga por 1000 átomos de carbono" a "3 ramificaciones de cadena larga por 1000 átomos de carbono". La longitud de una ramificación de cadena larga es más larga que la longitud de carbono de una ramificación de cadena corta, formada a partir de la incorporación de un comonomero en la cadena principal del polímero.

Algunos polímeros pueden estar sustituidos con 0,01 ramificaciones de cadena larga por 1000 átomos de carbono totales a 3 ramificaciones de cadena larga por 1000 átomos de carbono totales, adicionalmente 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 adicionalmente 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.

Los interpolímeros de etileno/ α -olefina sustancialmente lineales forman una clase única de polímeros de etileno homogéneamente ramificados. Difieren sustancialmente de la clase bien conocida de interpolímeros de etileno/ α -olefina lineales homogéneamente ramificados convencionales, como se ha discutido anteriormente, y, adicionalmente, no están en la misma clase que los polímeros de etileno lineales "polimerizados por catalizador "Ziegler-Natta" heterogéneos convencionales (por ejemplo, polietileno de ultra baja densidad (ULDPE), polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) o polietileno de alta densidad (HDPE), fabricados, 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 los polietilenos de alta presión, iniciados por radicales libres altamente ramificados, tales como, por ejemplo, copolímeros de 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, aunque tienen una distribución de peso molecular relativamente estrecha. Sorprendentemente, la relación de flujo de fusión (I10/I2), de acuerdo con la norma ASTM D 1238, de los interpolímeros de etileno sustancialmente lineales puede variar ampliamente, y esencialmente independientemente de la distribución de peso molecular (Mw/Mn o MWD). Este comportamiento sorprendente es contrario a los interpolímeros de etileno lineales homogéneamente ramificados convencionales, como los descritos, por ejemplo, por Elston en la patente de EE.UU. 3,645,992, e interpolímeros de polietileno lineal "polimerizados con Ziegler-Natta", heterogéneamente ramificados convencionales, tales como los descritos, por ejemplo, por Anderson et al., en la patente de EE.UU. 4,076,698. A diferencia de los interpolímeros de etileno sustancialmente lineales, los interpolímeros de etileno lineales (ya sean ramificados de manera homogénea o heterogénea) tienen propiedades reológicas, de modo que, a medida que aumenta la distribución del peso molecular, el valor de I10/I2 también aumenta.

La ramificación de cadena larga se puede determinar usando espectroscopía de resonancia magnética nuclear (RMN) ^{13}C , y se puede cuantificar utilizando el método de Randall (Rev. Macromol. Chem. Phys., C29 (2 & 3), 1989, p. 285-297) Otros dos métodos son la cromatografía de permeación en gel, junto con un detector de dispersión de luz láser de ángulo bajo (GPCLALLS), y la cromatografía de permeación en gel, acoplada a un detector de viscosímetro diferencial (GPC-DV). El uso de estas técnicas para la detección de ramificaciones de cadena larga y las teorías subyacentes, han sido bien documentadas en la bibliografía. 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.

A diferencia del "polímero de etileno sustancialmente lineal", "polímero de etileno lineal" significa que el polímero carece de ramificaciones de cadena larga medibles o demostrables, es decir, el polímero está sustituido con un promedio de menos de 0,01 ramificaciones de cadena larga por 1000 átomos de carbono.

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

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

Aditivos y Aplicaciones

Típicamente, los polímeros y resinas usados en la invención se tratan con uno o más estabilizadores, por ejemplo, antioxidantes, tales como IRGANOX 1010, IRGANOX 1076 e IRGAFOS 168, ahora suministrados por BASF. Los polímeros se tratan típicamente con uno o más estabilizadores antes de una extrusión u otros procesos en estado

fundido. Otros aditivos poliméricos incluyen, pero no se limitan a, absorbentes de luz ultravioleta, agentes antiestáticos, pigmentos y colorantes, agentes nucleantes, cargas, agentes de deslizamiento, retardantes de llama, plastificantes, auxiliares tecnológicos, lubricantes, estabilizadores, inhibidores de humo, agentes de control de viscosidad y anti-bloqueantes. Las composiciones de la invención también pueden contener uno o más polímeros termoplásticos.

5 Las composiciones inventivas pueden comprender adicionalmente 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, preferiblemente menor que 40 y más preferiblemente menor que 35 por ciento en peso, basado en el peso de la formulación adhesiva. Las clases ilustrativas de aceites incluyen, pero no se limitan a, aceite mineral blanco (como el aceite KAYDOL disponible de Witco) y el aceite nafténico SHELLFLEX 371 (disponible de Shell Oil Company)
10 y CALSOL 5550 (aceite nafténico de Calumet Lubricants).

Las composiciones inventivas pueden prepararse mediante procedimientos estándar de mezcla en estado fundido. En particular, la mezcla o el polímero injertado con anhídrido maleico, el(los) agente(s) de pegajosidad y otros componentes se pueden mezclar por fusión hasta obtener una mezcla homogénea. Cualquier método de mezcla que produzca una mezcla homogénea, sin degradar los componentes adhesivos, es satisfactorio, como un recipiente
15 equipado con un agitador y un mecanismo de calentamiento opcional. Los adhesivos se pueden proporcionar en formas, tales como gránulos, almohadas, chicles, grageas o cualquier otra configuración deseada.

Las composiciones inventivas también se pueden usar en una variedad de aplicaciones, que incluyen, pero no se limitan a, sellado de cajas y cartón, automoción, artes gráficas, no tejidos, ensamblaje de paneles, cintas de alto rendimiento, adhesivos de fusión en caliente por contacto, revestimientos de cartón, tintas, personal productos de
20 cuidado y cosméticos, selladores, concentrados de color y aditivos, adhesivos de cinta para alfombras, adhesivos para carpintería y adhesivos de envoltura de perfiles.

Definiciones

A menos que se indique lo contrario, todos los métodos de ensayo son actuales a la fecha de presentación de esta divulgación.

25 El término "composición", como se usa en el presente documento, 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.

El término "polímero", como se usa en el presente documento, se refiere a un compuesto polimérico preparado mediante la polimerización de monómeros, ya sea del mismo tipo o de tipo diferente. El término genérico polímero
30 abarca así el término homopolímero (empleado para referirse a polímeros preparados a partir de un solo tipo de monómero, con el entendimiento de que se pueden incorporar cantidades traza de impurezas en la estructura del polímero), y el término interpolímero como se define más adelante en el presente documento. Pueden incorporarse cantidades traza de impurezas, por ejemplo, residuos de catalizador, en y/o dentro del polímero.

El término "interpolímero", como se usa en el presente documento, se refiere a polímeros preparados mediante la polimerización de al menos dos tipos diferentes de monómeros. El término genérico interpolímero, por lo tanto, incluye 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.
35

El término "polímero basado en olefina", como se usa en el presente documento, se refiere a un polímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de olefina, por ejemplo, etileno o propileno (basado en el peso del polímero), y opcionalmente puede comprender uno o más comonómeros.
40

El término "polímero basado en etileno", como se usa en el presente documento, 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", como se usa en este documento, 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.
45

El término "copolímero de etileno/ α -olefina", como se usa en este documento, 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 dos únicos tipos de monómero.

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 si el mismo está específicamente descrito o no. 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 no, a menos que se indique lo contrario. En contraste, el término "que consiste esencialmente en" excluye del alcance de cualquier recitación
55 posterior cualquier otro componente, etapa o procedimiento, excepto aquellos que no son esenciales para la

operabilidad. El término "que consiste en" excluye cualquier componente, etapa o procedimiento no específicamente delineado o listado.

Métodos de ensayo

Viscosidad en estado fundido

- 5 La viscosidad en estado fundido se mide de acuerdo con la norma ASTM D 3236 (350 °F), utilizando un viscosímetro digital Brookfield (modelo DV-III, versión 3) y cámaras de muestra 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 se vierte en la cámara, que, a su vez, se inserta en un Brookfield Thermosel y se bloquea en su lugar. La cámara de muestra tiene una muesca en la parte inferior que se ajusta a la parte inferior del Brookfield
- 10 Thermosel para garantizar que la cámara no pueda girar cuando se inserte el huso y gire. La muestra (aproximadamente 8-10 gramos de resina) se calienta a la temperatura requerida, hasta que la muestra fundida esté aproximadamente una pulgada (2,54 cm) por debajo de la parte superior de la cámara de muestra. El aparato del viscosímetro se baja y el huso se sumerge en la cámara de muestra. Se continúa bajando, hasta que los soportes del viscosímetro se alineen con el Thermosel. El viscosímetro se enciende y se configura para funcionar a una velocidad de cizalla que conduzca a una lectura de torque en el intervalo de 40 a 60 por ciento de la capacidad de torque total, en función de la salida de rpm del viscosímetro. Las lecturas se toman cada minuto durante aproximadamente 15 minutos, o hasta que los valores se estabilizan, momento en el cual 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 la norma ASTM D-1238, condición 190 °C/2,16 kg. Para polímeros con alto contenido de 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. $I_2 (190\text{ °C}/2,16\text{ kg}) = 3,6126[10^{(\log(\eta)^{-6,6928})/-1,1363}]-9,31851$, donde η = viscosidad en estado fundido, en cP, a 350 °F.

Resistencia a la cizalla y al despegue

- 25 La temperatura de fallo de adhesión al despegue (PAFT) y la temperatura de fallo de adhesión al despegue (SAFT) del HMA se ensayaron usando la norma ASTM D-4498. Se colocaron cuatro muestras en un horno programable, después se unieron 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 temperatura del horno a una velocidad de calentamiento de 0,5 °C/min. Se registró el tiempo de fallo y la temperatura de fallo se calculó en consecuencia.
- 30 Se usaron dos hojas de papel Kraft de 6 "x 12" (15,24 cm x 30,48 cm) para la laminación. La lámina inferior tiene dos piezas de cinta adhesiva separadas por un espacio de 1" (2,54 cm). El adhesivo se extendió por la varilla de vidrio inferior que se calza con cinta. La varilla de vidrio superior suministra compresión. El papel de silicona al final era para atrapar el exceso de adhesivo. La unión final estaba definida por las dos piezas de cinta adhesiva y tenía 1" (2,54 cm) de anchura. El adhesivo fundido se calentó a 177 °C y se vertió sobre la lámina inferior. Las varillas de vidrio se
- 35 estiraron rápidamente para hacer la laminación. La lámina laminada se recortó y se cortó a lo ancho en tiras anchas de "1" (2,54 cm). Estas tiras tenían una "unión "1" x 1" (2,54 cm x 2,54 cm)" en el centro. Las muestras se acondicionaron durante 24 horas a temperatura ambiente y 54 por ciento de HR (humedad relativa). Después las muestras se colocaron en el horno con 100 g en modo despegado y 500 g en modo cizalla. La temperatura del horno se incrementó a una velocidad de 30 °C/h. Las muestras se colgaron de un interruptor que se disparó cuando las muestras fallaron, y el tiempo y la temperatura fueron registrados por un ordenador.
- 40

Estrés por calor

- La resistencia al estrés por calor se midió de acuerdo con el "Método de ensayo sugerido para determinar la resistencia al estrés por calor de los adhesivos termofusibles", método T-3006, preparado por el Institute of Packaging Professions (IoPP). Para preparar una muestra, se unieron dos cupones de cartón (cortados con filos que se deslizaban en la dirección larga) que tenían dimensiones de 2" x 3-3/16" y 2" x 5-1/2" (5,08 cm x 8,09 cm y 5,08 cm x 13,97 cm), aplicando "0,00014lb/in (2,5 g/m) de adhesivo" con un Olinger Bond Tester. El adhesivo se aplicó perpendicularmente a los filos, en el centro del cupón más corto, y los cupones se unieron, de modo que el adhesivo estaba a 3/4" (1,9 cm) de un extremo del cupón largo. Se hicieron cinco réplicas para cada formulación. Las muestras se cargaron en el portamuestras, con el extremo del cupón corto alineado con el borde del portamuestras. Las
- 45 muestras se mantuvieron en su lugar con la placa ancha asegurada por tuercas de mariposa. Se colocó un "peso de 200 g" a 3,94" (10 cm) de la unión. El peso se aseguró colocando la clavija, sobre el peso, en un agujero hecho en el cupón largo. El portamuestras se colocó después en un horno de convección, a una temperatura fijada durante 24 horas. Si al menos el 80% de los enlaces no fallan, se consideró que la muestra tenía resistencia al calor pasante a la temperatura de ensayo. La temperatura del horno se varió hasta que se determinó la resistencia máxima al estrés por
- 50 calor pasante. Todas las nuevas muestras de cupones unidos se usaron para cada temperatura de ensayo.
- 55

Desgarro de fibra

El porcentaje de rotura de fibra de cada muestra de adhesivo se evaluó en cartón normal y sustratos difíciles de unir a tres temperaturas diferentes: temperatura ambiente, -17 °C y 60 °C. Se registraron los resultados de rotura de fibra en estos dos sustratos diferentes. El adhesivo se calentó a 350 °F/177 °C, y se aplicó sobre el sustrato cortado en láminas rectangulares de "1 x 3 pulgadas (25 x 76 mm)". El adhesivo que se va a ensayar se aplicó, longitudinalmente, como una tira de aproximadamente 5 mm/0,2 pulgadas de ancho, y se estiró con una espátula o un aplicador de fusión en caliente. Después 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 por ciento de HR, después se separaron a las temperaturas de ensayo de temperatura ambiente, -17 °C y 60 °C. Cada enlace se ensayó inmediatamente, después de que terminó el período de acondicionamiento. El enlace se desgarró al insertar la cuchilla de una espátula debajo de una esquina para plegar la esquina. El enlace se colocó después en una superficie horizontal, con el lado con la esquina doblada hacia arriba. Con el laminado sostenido lo más cerca posible de la fuente de calentamiento o enfriamiento para mantener la temperatura de acondicionamiento, la esquina doblada se tiró manualmente lo más rápido posible, aproximadamente en un ángulo de 45 a 90 grados, con respecto al eje longitudinal de cada lámina, para desgarrar el enlace adhesivo. El porcentaje de fibra desgarrada se estimó (desgarro de fibra o FT) en incrementos de 25 por ciento; es decir, 0 por ciento, 25 por ciento, 50 por ciento, 75 por ciento y 100 por cien. A menos que se indique lo contrario, el ensayo FT normalmente se repite en cinco muestras replicadas y se informa el promedio de estas cinco realizaciones.

Cromatografía de exclusión molecular

Los pesos moleculares promedio y las distribuciones de peso molecular para los polímeros basados en etileno se determinan con un sistema cromatográfico, que consiste bien en un Modelo PL-210 de Polymer Laboratories o un Modelo PL-220 de Polymer Laboratories. Los compartimentos de columna y carrusel se hacen funcionar a 140 °C para polímeros basados en etileno. Las columnas son tres columnas de 10 micras, Mixed-B de Polymer Laboratories. 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 usado 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 de "100 microlitros" y la velocidad de flujo es de 1,0 mililitros/minuto. La calibración del conjunto de columnas GPC se realiza con patrones de poliestireno de distribución estrecha de peso molecular, comprados en Polymer Laboratories (UK). Los pesos moleculares de los picos 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)):

$$M_{\text{polietileno}} = A \times (M_{\text{poliestireno}})^B,$$

donde M es el peso molecular, A tiene un valor de 0,4315 y B es igual a 1,0. Los cálculos del peso molecular equivalente de polietileno se realizaron utilizando el programa informático VISCOTEK TriSEC Versión 3.0. Los pesos moleculares para los polímeros basados en polipropileno se pueden determinar utilizando las relaciones de Mark-Houwink según la norma ASTM D6474.9714-1, donde, para el poliestireno $a = 0,702$ y $\log K = -3,9$, y para el polipropileno, $a = 0,725$ y $\log K = -3,721$. Para muestras basadas en polipropileno, los compartimentos de columna y carrusel se hacen funcionar a 160 °C.

DSC

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) se utiliza para medir la cristalinidad en muestras basadas en polietileno (PE) y muestras basadas en polipropileno (PP). Se pesan aproximadamente de cinco a ocho miligramos de muestra y se colocan en una bandeja DSC. La tapa está engarzada en la bandeja para garantizar una atmósfera cerrada. La bandeja de muestra se coloca en una celda DSC y después 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. Luego, 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 después a una velocidad de 10 °C/min, hasta la fusión completa (segundo calor). El porcentaje de cristalinidad se calcula dividiendo el calor de fusión (H_f), determinado a partir de la segunda curva de calor, por un calor de fusión teórico de 292 J/g para PE (165 J/g, para PP), y multiplicando esta cantidad por 100 (p. ej., para PE, % crist. = $(H_f/292 \text{ J/g}) \times 100$; y para PP, % crist. = $(H_f/165 \text{ J/g}) \times 100$).

A menos que se indique lo contrario, el(los) punto(s) de fusión (T_m) de cada polímero se determina(n) a partir de la segunda curva de calor obtenida de DSC, como se describe anteriormente. La temperatura de cristalización (T_c) se mide a partir de la primera curva de enfriamiento.

Densidad

La densidad se mide de acuerdo con la norma ASTM D-792. La densidad medida era una "densidad rápida", lo que significa que la densidad se determinó después de una hora desde el momento del moldeo.

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

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

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

La constante de calibración A se puede determinar utilizando patrones de RMN C13. La constante de calibración real puede diferir ligeramente dependiendo del instrumento y el polímero. El segundo componente en el 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 específica, puede ocurrir una hidrólisis significativa en solo unos pocos días en 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 los grupos anhídrido y ácido.

El procedimiento de preparación de la muestra comienza haciendo un prensado, 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 platos. Nunca debe usarse papel de aluminio (el anhídrido maleico reacciona con el aluminio). Las placas deben estar bajo presión (~10 toneladas) durante aproximadamente cinco minutos. La muestra se deja enfriar a temperatura ambiente, se coloca en un soporte de muestra apropiado y después se barre en el FTIR. Se debe ejecutar un análisis del ruido de fondo antes de cada análisis de muestra, o según sea necesario. La precisión del ensayo es buena, con una variabilidad inherente de menos de ± 5%. Las muestras deberían almacenarse con desecante para evitar una hidrólisis excesiva. El contenido de humedad en el producto se ha medido tan alto como 0,1 por ciento en peso. Sin embargo, la conversión de anhídrido en ácido es reversible con la temperatura, pero puede llevar hasta una semana completar la conversión. La reversión se realiza mejor en un horno de vacío a 150 °C; Se requiere un buen vacío (cerca de 30 pulgadas Hg). Si el vacío es menos que el adecuado, la muestra tiende a oxidarse, dando como resultado un pico infrarrojo de aproximadamente 1740 cm⁻¹, lo que hará que los valores para el nivel de injerto sean demasiado bajos. El anhídrido y el ácido maleico están representados por picos de aproximadamente 1791 y 1712 cm⁻¹, respectivamente.

Flexión de Mandril

El ensayo de flexión de Mandril (Flex Mandrel, en inglés) se completó de acuerdo con el Método de Ensayo de Doblado de Mandril (norma ASTM D3111-99). Las tiras de ensayo eran tiras adhesivas de "1 cm de ancho por 1,5 mm de espesor", que se doblaron 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 doblarse. La flexibilidad del adhesivo está indicada por el diámetro más pequeño, sobre el que no se rompieron 4 de 5 muestras. El ensayo se realizó a varias temperaturas. Los resultados en cada diámetro de mandril pueden informarse como el porcentaje de tiras de ensayo que no fallaron.

Los polímeros, composiciones y procesos de esta invención, y su uso, se describen más completamente mediante los siguientes ejemplos. Los siguientes ejemplos se proporcionan con el propósito de ilustrar la invención, y no deben interpretarse como limitantes del alcance de la invención.

Experimental**40 Materiales**

Los materiales utilizados en este estudio se enumeran en la Tabla 1.

El agente de pegajosidad era un hidrocarburo completamente hidrogenado EASTOTAC H115, suministrado por Eastman Chemical Company.

La cera utilizada fue SASOLWAX HI. SASOLWAX HI es una cera Fischer-Tropsch, suministrada por Sasol Wax.

45 IRGANOX 1010 (I1010) se utilizó como antioxidante.

Tabla 1: Polímeros utilizados en las formulaciones de adhesivos experimentales (HMA)

Polímero	I2* calculado a 190 °C (g/10min)	Viscosidad en estado fundido a 177 °C (cP)	Densidad (g/cm3)	MAH % en peso)	Mw ^a (g/mol)	Mn ^a (g/mol)	Mw/Mn ^a
EO 19 ^{si}	1000	8200	0,870	N/A**	20000	9523	2,1
EO 07 ^c	660	13000	0,878	0,7-1,5			

a) Resultados de GPC.

b) Copolímero de etileno/octeno ramificado homogéneamente (por ejemplo, AFFINITY GA 1900).

c) copolímero de etileno/octeno ramificado homogéneamente MAH-g.

* El índice de fusión se puede calcular a partir de la siguiente ecuación (Véase la patente de EE.UU. 6,335,410): $I_2 (190\text{ °C}/2,16\text{ kg}) = 3,6126 [10^{(\log(\eta)-6,6928)/-1,1363}] - 9,31851$, donde η = viscosidad en estado fundido, en cP, a 350 °F.

**No aplica.

Preparación de EO 07

5 Copolímero de etileno-octeno de bajo MW con un intervalo de viscosidad de 6.000 a 17.000 cps medido a 350 °F usando una viscosidad Brookfield. Nominal 1000 MI (calculado), 0,87 g/cc de densidad copolímero de etileno-octeno.

Anhídrido Maleico (MAH - DeGussa DHBP o equivalente)

Hydrobrite 380: aceite parafínico hidrotratado para diluir el peróxido según sea necesario. (Relación 1: 1 de peróxido: aceite).

10 Luperox 101 - 2,5-bis(terc-butilperoxi)-2,5-dimetilhexano (290,44 g/mol). Ajustes de barril, bomba de engranajes y temperatura de troquel:

Barril de alimentación - enfriamiento (49 °C)

Barril # 3: 120 °C, inyección de maleico en el puerto de inyección 3a y peróxido en el puerto 4a

Barril 4 - 11: 235 °C

Líneas de transferencia y bomba de engranajes: 150 °C

15 Troquel: 204 °C

Velocidad de tornillo 386 rpm

MAH 16,25 lb/h (7,37 kg/h)

% de alimentación de MAH 1,55%

"Aceite:POX 1:1" 3,6 lb/h (1,63 kh/h)

20 % de Alimentación "Aceite:POX 1:1" 0,34%

Alimentación de POX puro 0,17%

Vac. Presión 20 cm Hg

25 EO 07 (ver Tabla 1) se realizó en una extrusora de doble husillo co-rotativo (TSE) de "92 mm". El proceso se resume en las siguientes etapas: (a) el TSE se configuró para funcionar con los perfiles de temperatura del barril seleccionados, y las velocidades de los tornillos se establecieron en las RPM deseadas; (b) los gránulos de polímero se alimentaron a la tolva del extrusor mediante un alimentador de tornillo sin fin controlado gravimétricamente, a la velocidad de alimentación de polímero deseada; (c) se inyectó MAH fundido en el barril; (d) se añadió peróxido a través de una disolución de aceite mineral 1:1, a una velocidad de alimentación objetivo, y se inyectó en el barril, aguas abajo del TAC; (e) los bloques de amasado distribuyeron los ingredientes reactivos y calentaron el polímero fundido

30 mediante disipación de energía mecánica, y la reacción se produjo después de la descomposición térmica del iniciador de peróxido; (f) los componentes y subproductos sin reaccionar volátiles se eliminaron en un puerto de vacío; (g) la masa fundida se enfrió en la sección final del barril y se alimentó a una bomba de engranajes; (h) la bomba de engranajes alimentó un troquel, desde el cual la masa fundida fue a una granuladora subacuática. Se usó una línea de enfriamiento de suspensión de gránulos de longitud suficiente para lograr un tiempo de residencia mayor de 60

35 segundos, para enfriar los gránulos a menos de 25 °C). El producto granulado se secó y se recogió. Contenido de

MAH mayor que o igual a 0,9 por ciento en peso.

Formulaciones de HMA

5 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 después en un bloque calentado a 180 °C durante 30 minutos, con un cabezal mezclador "estilo Paravisc" a 100 RPM. Cada composición adhesiva contenía lo siguiente: polímero, cera y resina adhesiva.

Sustratos

Se examinaron un total de cinco sustratos "difíciles de unir" (sustratos 1-5).

Sustrato 1: un recipiente de bebidas Kraft recubierto de polipropileno

10 Sustrato 2: Cartón recubierto: cartón recubierto de cera

Sustrato 3: una envoltura de papel de impresora recubierta con cera, seguida de un recubrimiento de polipropileno.

Sustrato 4: una bolsa de harina recubierta de cera parafínica

Sustrato 5: una bolsa de comida de tipo laberinto recubierta de cera parafínica

También se usó cartón regular estándar interior (cartón regular) en algunos de los ensayos adhesivos.

15 **Resultados del ensayo**

Se utilizaron los siguientes ensayos: a) Viscosidad de aplicación a 177 °C; b) Resistencia al estrés por calor c) PAFT y SAFT; d) Desgarro de fibra en cartón regular a temperatura ambiente, -17 °C y 60 °C; y e) Desgarro de fibra en el sustrato 1 a temperatura ambiente, -17 °C y 60 °C.

20 La Tabla 2 muestra las propiedades de las formulaciones de HMA utilizadas en este estudio, que incluyen los resultados de los ensayos realizados con el sustrato 1 "difícil de unir". Estas formulaciones modelo, con el 40% en peso del (de los) componente(s) polimérico(s) total(es), se ensayaron mientras el contenido de polímero funcional aumentaba gradualmente de 0 a 40% en peso en incrementos de "10% en peso". Estas formulaciones se aplicaron sobre el cartón regular y el sustrato 1 "difícil de unir" a 177 °C. Las viscosidades de todas estas formulaciones fueron de 500 a 1500 cps, un requisito para la dispensación óptima del adhesivo termofusible.

25 La penúltima muestra se basa en 30% en peso de EO 07 (es decir, componente A) y 10% en peso de EO 19 (es decir, componente D) y, por lo tanto, es confirmada a la reivindicación 1 (relación en peso A/D de 3).

30 Se mostró que el adhesivo basado en EVA incumbente tenía una adhesión muy limitada sobre el sustrato difícil de unir a temperatura ambiente y temperatura del congelador. Solo pudo alcanzar 34%, y casi 0% de desgarros de fibra, a -17 °C y temperatura ambiente, respectivamente. El adhesivo basado en EO 19, sin injerto de MAH, tenía una unión marginal sobre cartón regular a -17 °C y 60 °C. Adicionalmente, este adhesivo también falló en el sustrato "difícil de unir", con un desgarro de la fibra de alrededor del 60% a ambas temperaturas. La sustitución del 10% en peso de EO 19 con EO 07, aumentó significativamente la adhesión sobre el sustrato difícil de unir. El estrés por calor también se benefició, junto con adhesión aumentada. El valor más alto de estrés por calor se logró con 30% en peso y 40% en peso de EO 07 en la formulación (pasando el ensayo de estrés por calor a 60 °C). Aunque los resultados PAFT y SAFT no siguieron la misma tendencia observada en los ensayos de estrés por calor, se considera que los ensayos de estrés por calor reflejan una representación más realista de la vida real, la carga de calor en los bordes del contenedor (la parte del contenedor a la que se aplica el adhesivo, y después de lo cual, se sella al recipiente).

40 En general, en comparación con los adhesivos basados en EVA y EO 19 incumbentes, los adhesivos que contienen EO 07 mostraron una mejora significativa en las propiedades adhesivas, como la resistencia al estrés por calor, la rotura de fibra en el cartón regular y la rotura de fibra en el sustrato 1 "difícil de unir". Las composiciones que contenían 20% en peso, 30% en peso y 40% en peso de EO 07, eran lo suficientemente buenas como para asegurar el éxito comercial en dichos sustratos.

Tabla 2: Propiedades adhesivas

40% en peso de polímero (EVA, EO 19 o EO 19 y EO 07) 35% en peso EASTOTAC H115 25% en peso SASOLWAX H1 0,5% en peso ppm I1010	Viscosidad en estado fundido @ 177 °C, (cP)	SAFT (°C)	PAFT (°C)	Desgarro de fibra (%) Sustrato 1			Desgarro de fibra (%) Cartón regular			Resistencia al estrés por calor del cartón regular (fallo = cohesivo)				
				-17°C	RT	60°C	-17°C	RT	60°C	50°C	55°C	60°C	65°C	
EVA				34	5.4	100								
EO 19	593	91.7	57.1	62	66	96	75	100	67	5	3			
5 % en peso EO 07 + 35 % en peso EO 19	590	92,4	57,9	71	59	82	100	100	98	6	1			
10 % en peso EO 07 + 30% en peso EO 19	591	91,7	57,8	75	100	96	100	100	100		5	0		
20 % en peso EO 07 + 20% en peso EO 19	602	91,3	57,3	100	100	99	100	100	100	6	3			
30 % en peso EO 07 + 10% en peso EO 19	602	90,7	57,7	100	90	87	80	100	90			4	2	
40 % en peso EO 07 + 0 % en peso EO 19	713	93,3	59,5	94	100	100	100	100	100			5	1	

5 La Tabla 3 a continuación indica los resultados del ensayo utilizando la formulación óptima basada en los resultados con el Sustrato 1. La formulación basada en EO 19 se desempeñó igual de bien que la formulación que contiene EO 07, a temperatura ambiente y temperaturas elevadas. A temperatura de congelador, la "formulación EO 07" claramente funcionó mucho mejor.

Tabla 3: Propiedades adhesivas

40% en peso de polímero (EO 19 o EO 19 y EO 07) y 35% en peso de EASTOTAC H115 25% en peso de SASOLWAX H1 0,5% en peso de ppm I1010	Sustrato	Desgarro de fibra (%)		
		-25 °C	RT	60°C
EO 19	2	27	100	97
8 % en peso EO 07 + 32 % en peso EO 19	2	77	100	100
40 % en peso EO 19	3	60	100	100
8 % en peso EO 07 + 32 % en peso EO 19	3	100	100	100
40 % en peso EO 19	4	6	55	88
8 % en peso EO 07 + 32 % en peso EO 19	4	38	67	78
40 % en peso EO 19	5	3	92	93
8 % en peso EO 07 + 32 % en peso EO 19	5	75	93	100

Formulaciones con EO 07 y cera injertada MAH

10 Para comprender mejor las diferencias de rendimiento entre las diferentes soluciones injertadas de MAH, se examinaron dos formulaciones. La primera formulación estaba compuesta por 40% en peso de EO 19 y 10% en peso de A-C575P (copolímero de anhídrido maleico-etileno Honeywell A-C 575P). La segunda formulación estaba compuesta de 20% en peso de EO 19 y 20% en peso de EO 07. Ambas formulaciones tenían un contenido similar de "0,20-0,22% en peso de grupos MAH", ya sea de polímero funcionalizado (EO 07) o una cera funcionalizada. (A-C575P). Véase la Tabla 4 a continuación.

15

La formulación 1 (F1) contenía 10% en peso de A-C 575P. El contenido total de MAH de la cera en F1 es 0,203% en peso.

ES 2 786 008 T3

La formulación 2 (F2) contenía 20% en peso de EO 07. El contenido total de MAH del polímero MAH-g en F2 es 0,22% en peso.

F1: 40% en peso de EO 19, 10% en peso de A-C575P (cera func.), 15% en peso de SASOLWAX H1, 35% en peso de EASTOTAC H115, 0,5% en peso de I1010.

- 5 F2: 20% en peso de EO 19 y 20% en peso de EO 07, 25% en peso de SASOLWAX H1, 35% en peso de EASTOTAC H115, 0,5% en peso de I1010.

Tabla 4: Contenido de MAH en las formulaciones F1 y F2

	Contenido de MAH (% en peso)	Cantidad del componente funcionalizado en la formulación adhesiva (% en peso)	TAC total (% en peso)
F1	2,03	10 (A-C 575P)	0,203
F2	1,1	20 (EO 07)	0,22

- 10 Como se muestra en la Tabla 5, con el mismo contenido de MAH en F2, la composición que contiene el polímero injertado con MAH (EO 07), tuvo un mejor rendimiento general que la composición que contenía la cera injertada, especialmente para propiedades de adhesión a alta temperatura, estrés por calor y flexibilidad. En comparación con la composición que contiene el A-C 575P, la composición que contiene el EO 07 demostró un aumento de "7,5 °C" en el rendimiento de estrés por calor. F2 también tuvo un rendimiento superior en el mandril flexible (un ensayo que mide la flexibilidad del adhesivo a diferentes temperaturas) tanto a temperatura ambiente como a la temperatura del congelador.
- 15

Tabla 5: Prestaciones de EO 07 vs. Cera injertada con MAH

	Viscosidad en estado fundido @ 177 °C	SAFT	PAFT	Desgarro de fibra de cartón estadounidense			Estrés por calor *				Mandril flexible (3 mm)		Mandril flexible (6 mm)		Mandril flexible (15 mm)	
		°C	°C	-17°C	RT	'60 °C	50°C	55°C	57.5°C	60°C	RT	-18°C	RT	-18°C	RT	-18°C
40% en peso EO 19, 10% en peso A-C575P, 15% en peso SASOLWAX H1, 35% en peso EASTOTAC H100, 0,5% en peso I1010	909	69	42	100	100	70	4	2			20	0	60	40	100	100
20% en peso EO 19, 20% en peso EO 07, 25% en peso SASOLWAX H1, 35% en peso EASTOTAC H100, 0,5% en peso I1010	789	83	50	100	100	92	6	5	4	2	100	100	100	100	100	100

* Número de cupones que pasaron la ensayo. La aceptación mínima requerida para el estrés por calor es de cuatro cupones.

- 20 La Tabla 6 enumera otra formulación adhesiva, F3. Como se ve en la Tabla 6, la composición de F3 tenía una viscosidad en estado fundido muy alta y, por lo tanto, no se puede usar en procesos adhesivos de fusión en caliente convencionales. En contraste, la composición de F2 (véase arriba) tenía una viscosidad en estado fundido aceptable.

F3: 22% en peso de EO 19, 18% en peso de AMPLIFY GR 204, 25% en peso de SASOLWAX H1, 35% en peso de EASTOTAC H100, 0,5% en peso de I1010.

Tabla 6: Formulaciones F3 y F2

	Contenido de MAH (% en peso)	Cantidad del componente funcionalizado en la formulación adhesiva (% en peso)	TAC total (% en peso)	Viscosidad a 177 °C (cP)
F3	1.2	18 (GR204)	0,22	4,649
F2	1.1	20 (EO 07)	0,22	593

Resumen de Resultados

5 En general, las composiciones adhesivas que contienen EO 07 mostraron mejoras significativas en las propiedades adhesivas generales, tales como, por ejemplo, estrés por calor, desgarro de fibra en cartón regular, desgarro de fibra en sustrato 1 (sustrato difícil de unir). Las composiciones que contenían 20% en peso, 30% en peso y 40% en peso de EO 07, fueron lo suficientemente buenas como para asegurar el éxito comercial en tales sustratos. En comparación con la cera MAH-g incumbente, EO 07 ofrece mejores prestaciones en general, especialmente para la adhesión a altas temperaturas, el estrés por calor y la flexibilidad. Las composiciones de la invención también tenían viscosidades de fusión bajas, aceptables para procesos adhesivos de fusión en caliente.

REIVINDICACIONES

1. Una composición que comprende lo siguiente:

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

- 5 i) una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que o igual a 50.000 mPa.s (50.000 cP), medida de acuerdo con la norma ASTM D 3236 (177 °C (350 °F)),
- ii) MWD de 1,5 a 5, medido como se describe en la memoria descriptiva, y
- iii) una densidad de 0,855 a 0,900 g/cc;

B) un agente de pegajosidad;

10 C) una cera; y

que comprende adicionalmente D) un interpolímero de etileno/alfa-olefina;

en donde el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene al menos una de las siguientes propiedades:

- 15 i) una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que 50.000 mPa.s (50.000 cP), medida de acuerdo con la norma ASTM D 3236 (177 °C (350 °F)).
- ii) MWD de 1,2 a 3, medido como se describe en la memoria descriptiva, y
- iii) una densidad de 0,855 a 0,900 g/cc;

en donde la relación en peso del componente A al componente D (A/D) es igual a 3.

20 2. La composición de la reivindicación 1, en donde el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene al menos dos de las siguientes propiedades:

- i) una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que 50.000 mPa s (50.000 cP), medida de acuerdo con la norma ASTM D 3236 (177 °C (350 °F)).
- ii) MWD de 1,2 a 3, medido como se describe en la memoria descriptiva, y
- iii) una densidad de 0,855 a 0,900 g/cc.

25 3. La composición de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene las siguientes propiedades:

- i) una viscosidad en estado fundido (177 °C) menor que 50.000 mPa s (50.000 cP), medida de acuerdo con la norma ASTM D 3236 (177 °C (350 °F)).
- ii) MWD de 1,2 a 3, medido como se describe en la memoria descriptiva, y
- 30 iii) una densidad de 0,855 a 0,900 g/cc.

4. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el interpolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado con anhídrido y/o ácido carboxílico del componente A tiene una densidad de 0,870 g/cm³ a 0,885 g/cm³.

5. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente A está presente en una cantidad de 20 a 60 por ciento en peso, basado en el peso de la composición.

35 6. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el copolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 4.000 a 30.000 g/mol, medido como se describe en la memoria descriptiva.

7. La composición de la reivindicación 1, en la que el copolímero de etileno/alfa-olefina funcionalizado es un copolímero injertado con anhídrido maleico.

40 8. La composición de la reivindicación 1, en donde el interpolímero de etileno/alfa-olefina del componente D tiene un índice de fusión (I2) mayor que o igual a 400 g/10 min, medido de acuerdo con la norma ASTM D-1238, condición 190 °C/2.16 kg.

9. Un artículo que comprende la composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

10. El artículo de la reivindicación 9, que comprende además un sustrato.

11. El artículo de la reivindicación 10, en el que el sustrato se selecciona del grupo que consiste en lo siguiente: un sustrato recubierto, un papel reciclado y combinaciones de los mismos.

5 **12.** El artículo de la reivindicación 10 o la reivindicación 11, en el que el sustrato se selecciona del grupo que consiste en lo siguiente: Kraft o cartón recubierto con cera, Kraft o cartón recubierto con polietileno, Kraft o cartón laminado con película BOPP, Kraft o cartón laminado con película de polipropileno (PP), Kraft o cartón laminado con película de PET, Kraft o cartón recubierto con arcilla, Kraft o cartón recubierto con laca, y combinaciones de los mismos.