

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 954 634**

51 Int. Cl.:

C08L 23/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.07.2020 PCT/US2020/044200**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.02.2021 WO21022010**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.07.2020 E 20754597 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.07.2023 EP 4004106**

54 Título: **Polietileno de baja densidad con resistencia a la adhesión en caliente y adhesión a metal mejoradas mediante la adición de ionómeros**

30 Prioridad:

31.07.2019 US 201962880837 P

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

23.11.2023

73 Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)
2211 H.H. Dow Way
Midland, MI 48674, US**

72 Inventor/es:

**LEE, JONG YOUNG;
DONG, YIFAN;
MORRIS, BARRY ALAN;
KARJALA, TERESA P. y
KUPSCH, EVA-MARIA**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 954 634 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

Polietileno de baja densidad con resistencia a la adhesión en caliente y adhesión a metal mejoradas mediante la adición de ionómeros

5

Descripción

Referencia cruzada a solicitudes relacionadas

Esta solicitud reivindica prioridad respecto de la solicitud de patente provisional de los EE. UU. núm. US-62/880.837, presentada el 31 de julio de 2019.

10

Campo técnico

Las realizaciones de la presente descripción se refieren generalmente a mezclas de polímeros para el recubrimiento por extrusión que tienen una resistencia a la adhesión en caliente mejorada en comparación con los polímeros de LDPE y una adhesión mejorada a metales de las mezclas de polímeros; y a películas y sustratos recubiertos que incluyen las mezclas de polímeros.

15

Antecedentes

20

El polietileno de baja densidad (LDPE) se usa ampliamente en el proceso de recubrimiento por extrusión para hacer envases de alimentos, por ejemplo, cartones de leche de cartón recubiertos y películas recubiertas para sobres de condimentos. El revestimiento de LDPE proporciona sellos herméticos para proteger el producto de fugas. Durante el proceso de sellado, el área de sellado se calienta para fundir y unir el sellador. La adhesión en caliente es la capacidad del sello recién formado para permanecer unido antes de su enfriamiento de nuevo a un estado sólido. Se necesita una alta resistencia a la adhesión en caliente para formar sellos fuertes en un paquete, de modo que el sello evite fugas.

25

En general, el LDPE tiene poca resistencia a la adhesión en caliente. En general, se cree que esto se debe al alto nivel de ramificación de cadena larga de los polímeros de LDPE. La ramificación de cadena larga impide la difusión molecular en la interfaz entre las dos superficies de contacto durante el termosellado. Esta difusión es necesaria para desarrollar la resistencia a la adhesión en caliente y la falta de difusión, tal como la debida al trayecto altamente tortuoso creado por las ramificaciones de cadena larga, da como resultado una baja adhesión en caliente. La adhesión en caliente disminuye aún más para los polímeros de LDPE con bajo índice de fusión, típicamente de menos de 6,0 dg/min. Por lo general, un índice de fusión bajo indica un mayor peso molecular, lo que también ralentiza la difusión en la interfaz.

30

35

Se necesita una fuerte resistencia al desprendimiento para evitar la delaminación entre el recubrimiento y el sustrato para mantener la integridad del envase. Para permitir que los recubrimientos de polietileno se unan con sustratos polares, los recubrimientos de polietileno deben oxidarse. Generalmente, los recubrimientos de polietileno se oxidan con un largo tiempo en el espacio de aire y a alta temperatura. Sin embargo, este método no crea resistencias al pelado consistentemente mejoradas.

40

El documento JP 2003 118048 A se refiere a un cojín para reducir la vibración y el impacto aplicado a un artículo empaquetado cuando el artículo se empaqueta y transporta, por ejemplo, y a un método para fabricarlo.

45

Breve descripción de las figuras

La Figura 1 es una gráfica de la resistencia a la adhesión en caliente en función de las temperaturas de la barra de sellado para el Ejemplo 3 y AGILITY EC 7030™.

50

Descripción detallada

Las realizaciones de la presente descripción incluyen una mezcla de polímeros. La mezcla de polímeros incluye al menos 90 % en peso de polímero de polietileno de baja densidad (LDPE) y de 1 % a 10 % en peso de ionómero.

55

En algunas realizaciones de la mezcla de polímeros, el polímero de LDPE tiene un índice de fusión (I_2) de 2 g/10 min a 6 g/10 min determinado según ASTM D1238 (190 °C, 2,16 kg). En diversas realizaciones, el polímero de LDPE tiene un índice de fusión (I_2) de 3 g/10 min a 5 g/10 min, o de 2 g/10 min a 4,5 g/10 min.

60

En una o más realizaciones de la mezcla de polímeros, el polímero de LDPE tiene una distribución de peso molecular (MWD = Mw/Mn) de 5 a 11, de 8 a 10, o de 8,5 a 11 según lo determinado por un método de cromatografía de permeación en gel convencional.

65

En algunas realizaciones de la mezcla de polímeros, el polímero de LDPE es un polímero producido a partir de un reactor tubular. El polímero de LDPE puede tener una densidad de 0,910 g/cc a 0,930 g/cc. En algunas

realizaciones, el polímero de LDPE puede tener una densidad de 0,910 g/cc a 0,920 g/cc, de 0,916 g/cc a 0,930 g/cc, de 0,918 g/cc a 0,926 g/cc, o de 0,915 g/cc a 0,920 g/cc.

5 En una o más realizaciones, la mezcla de polímeros incluye de 1 % en peso a 7 % en peso o de 1 % a 5 % en peso del ionómero. En algunas realizaciones, la mezcla de polímeros incluye de 3 % en peso a 6 % en peso, de 4 % en peso a 6 % en peso, o de 5 % en peso a 7 % en peso del ionómero.

10 En una o más realizaciones de la mezcla de polímeros, el ionómero incluye un copolímero de ácido de etileno, en el que el copolímero de ácido tiene de 15 % a 70 % de los grupos de ácido carboxílico neutralizados como sales de ácido carboxílico que comprenden cationes de sodio. El porcentaje se basa en el número total de grupos ácidos en el polímero. En algunas realizaciones, el copolímero de ácido de etileno tiene de 40 % a 60 %, de 30 % a 70 %, o de 40 % a 70 % de los grupos de ácido carboxílico neutralizados como sales de ácido carboxílico que comprenden cationes de sodio.

15 El copolímero de ácido de etileno es el producto de reacción polimerizado de: al menos 50 % en peso de etileno, con respecto al % en peso total de los monómeros presentes en el copolímero de ácido de etileno; de 2 % en peso a 30 % en peso de monómero de ácido monocarboxílico, con respecto al % en peso total de los monómeros presentes en el copolímero de ácido de etileno; y de 0 a 25 % en peso de acrilato de alquilo, con respecto al % en peso total de los monómeros presentes en el copolímero de ácido de etileno.

20 En una o más realizaciones, el copolímero de ácido de etileno es el producto de reacción polimerizado de monómero de etileno, monómero de ácido monocarboxílico y opcionalmente monómero de acrilato de alquilo. El monómero de ácido monocarboxílico puede estar presente en cantidades de 2 % en peso a 25 % en peso, 8 % en peso a 25 % en peso, 8 % en peso a 20 % en peso, 5 % en peso a 23 % en peso, 15 % en peso a 30 % en peso o 20 a 25 % en peso con respecto al % en peso total de los monómeros presentes en el copolímero de ácido de etileno. El acrilato de alquilo puede estar presente en cantidades de 0 % en peso a 20 % en peso, 1 % en peso a 10 % en peso, o 4 % en peso a 15 % en peso con respecto al % en peso total de los monómeros presentes en el copolímero de ácido de etileno.

30 En algunas realizaciones de la mezcla de polímeros, el acrilato de alquilo del copolímero ácido puede ser, a modo de ejemplo y no de limitación, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de n-butilo, acrilato de iso-butilo o combinaciones de estos. En diversas realizaciones, el acrilato de alquilo es un acrilato de alquilo C₂-C₈, es decir, un acrilato de alquilo que tiene un grupo alquilo con 1 a 8 carbonos.

35 En diversas realizaciones de la mezcla de polímeros, el monómero de ácido monocarboxílico comprende ácido acrílico, ácido metacrílico o combinaciones de estos.

En una o más realizaciones de la mezcla de polímeros, el ionómero tiene un índice de fusión (I₂) de 0,5 g/10 min a 15 g/10 min determinado según ASTM D1238 (190 °C, 2,16 kg). En algunas realizaciones, el ionómero tiene un índice de fusión (I₂) de 4 g/10 min a 10 g/10 min, de 0,5 a 10 g/10 min, o de 0,5 a 4 g/10 min.

40 El copolímero ácido de etileno se puede preparar mediante métodos estándar de copolimerización por radicales libres, utilizando alta presión, operando de manera continua. Los monómeros se alimentan a la mezcla de reacción en una proporción relativa a la actividad del monómero y la cantidad del monómero que se desea incorporar en el copolímero. De esta manera, se logra una distribución uniforme y casi aleatoria de las unidades monoméricas a lo largo de la cadena. Los monómeros sin reaccionar se pueden reciclar. Se puede encontrar información adicional sobre la preparación de copolímeros de ácido de etileno en la patente US-3.264.272 y la patente US-4.766.174.

Se puede encontrar información adicional sobre la preparación de ionómeros en la patente US-3.264.272 A, la patente US-3.322.734 A y la patente US-9.783.352 B2.

50 Como sería familiar para el experto en la técnica, los componentes se pueden mezclar de varias maneras, por ejemplo, mezclando en seco o mezclando en estado fundido los componentes. En un ejemplo, el polímero de LDPE y el ionómero se pueden mezclar en seco, por ejemplo, añadiendo los componentes como gránulos a un extrusor, donde los componentes se calientan y se mezclan entre sí y luego se recubren sobre el sustrato. Alternativamente, el polímero de LDPE y el ionómero se pueden mezclar en estado fundido, donde cada componente se funde y se mezcla en el mezclador o extrusor y luego se granula. Luego, los gránulos se alimentan al extrusor para preparar el sustrato recubierto. En la presente memoria se contemplan otras metodologías de mezcla para mezclar los componentes.

60 En algunas realizaciones, la mezcla de polímeros no incluye aditivos. En una o más realizaciones, la mezcla de polímeros puede incluir aditivos. La mezcla de polímeros puede incluir adicionalmente pequeñas cantidades de aditivos, incluidos plastificantes, estabilizadores, incluidos estabilizadores de la viscosidad, estabilizadores hidrolíticos, antioxidantes primarios y secundarios, absorbentes de luz ultravioleta, agentes antiestáticos, colorantes, pigmentos u otros agentes colorantes, cargas inorgánicas, retardantes a las llamas, lubricantes, agentes de refuerzo tales como fibra de vidrio y escamas, fibra o pulpa sintética (por ejemplo, aramida), agentes espumantes o de soplado, adyuvantes de procesamiento, aditivos de deslizamiento, agentes antibloqueo tales como sílice o talco, agentes de liberación, resinas adhesivas o combinaciones de dos o más de los mismos. También se pueden incorporar en la mezcla cargas inorgánicas, tales como carbonato de calcio, y similares.

Varias realizaciones de la presente descripción incluyen un sustrato recubierto. El sustrato recubierto incluye un sustrato y un recubrimiento adherido al sustrato. El recubrimiento incluye cualquiera de las mezclas de polímeros descritas en esta descripción. En diversas realizaciones, hay una capa de unión dispuesta entre el sustrato polimérico y el recubrimiento.

En una o más realizaciones del sustrato recubierto, el sustrato incluye un sustrato de metal, un sustrato de polímero o un sustrato de papel. En algunas realizaciones, el sustrato de polímero incluye poliéster, polietileno, polipropileno, poliamida, poliéster metalizado, polietileno metalizado, polipropileno metalizado o poliamida metalizada. En diversas realizaciones, el sustrato metálico puede ser aluminio.

En una o más realizaciones, el recubrimiento del sustrato recubierto tiene una resistencia al desprendimiento de carga máxima de al menos 2 N/pulg. En algunas realizaciones, el sustrato recubierto tiene una resistencia máxima de adhesión en caliente de al menos 9,5 N/pulg. dentro de un intervalo de temperatura de la barra de sellado de 120 °C a 160 °C según lo medido por ASTM F-1921 (Método B).

En realizaciones de esta descripción se incluyen películas de las mezclas de polímeros como se ha descrito anteriormente. La película se extrude a partir de cualquier mezcla de polímeros de la presente descripción.

La resistencia a la adhesión en caliente es la fuerza por unidad de longitud, en Newtons por pulgada, requerida para separar dos películas en una condición parcialmente fundida. Esta prueba se utiliza para simular la capacidad de un paquete para mantener su sello y no derramar el contenido, mientras que el sello térmico aún no se ha enfriado. A medida que el ionómero de esta descripción se mezcló en el LDPE, la resistencia a la adhesión en caliente aumentó al igual que el intervalo de temperatura en el que se observó la adhesión en caliente.

Polimerizaciones

El LDPE y el copolímero ácido utilizados para preparar el ionómero se preparan mediante polimerización por radicales libres a alta presión. Para un proceso de polimerización iniciado por radicales libres a alta presión, se conocen dos tipos básicos de reactores. El primer tipo es un recipiente de autoclave agitado que tiene una o más zonas de reacción (el reactor de autoclave). El segundo tipo es un tubo con camisa que tiene una o más zonas de reacción (el reactor tubular).

La presión en cada zona de autoclave y reactor tubular del proceso es típicamente de 100 MPa a 400 MPa, más típicamente de 120 MPa a 360 MPa, e incluso más típicamente de 150 MPa a 320 MPa.

La temperatura de polimerización en cada zona de reactor tubular del proceso es típicamente de 100 °C a 400 °C, de 130 °C a 360 °C, o de 140 °C a 330 °C.

La temperatura de polimerización en cada zona de reactor de autoclave del proceso es típicamente de 150 °C a 300 °C, de 165 °C a 290 °C, o de 180 °C a 280 °C. Un experto en la técnica entiende que las temperaturas de polimerización en los reactores de autoclave son considerablemente más bajas que las del reactor tubular y, por lo tanto, se observan típicamente niveles extraíbles más favorables en los polímeros producidos en un sistema de reactor basado en autoclave.

Se puede usar un reactor tubular que tenga al menos tres zonas de reacción para producir las mezclas de polímeros de la presente descripción.

Para producir un polímero a base de etileno de la invención, incluido un LDPE de la invención, se usa típicamente un proceso de polimerización iniciado por radicales libres a alta presión. Típicamente, se utiliza un tubo con camisa como reactor, que tiene una o más zonas de reacción. Longitudes de reactor adecuadas, pero no limitativas, pueden ser de 100 a 3000 metros (m), o de 1000 a 2000 metros. El comienzo de una zona de reacción para el reactor se define típicamente por la inyección lateral del iniciador de la reacción, etileno, agente de transferencia de cadena (o telógeno), así como cualquier combinación de estos. Un proceso de alta presión se puede llevar a cabo en uno o más reactores tubulares, que tienen una o más zonas de reacción, o en una combinación de reactores de autoclave y tubulares, cada uno comprendiendo una o más zonas de reacción.

Se puede utilizar un agente de transferencia de cadena para controlar el peso molecular. En una realización preferida, se añaden uno o más agentes de transferencia de cadena (CTA) a un proceso de la invención. Los CTA típicos que se pueden usar incluyen, aunque no de forma limitativa, propileno, n-butano, 1-buteno, isobutano, propionaldehído y metiletilcetona. En una realización, la cantidad de CTA utilizada en el proceso es de 0,03 a 10 por ciento en peso de la mezcla de reacción total. El etileno utilizado para la producción del polímero a base de etileno puede ser etileno purificado, que se obtiene mediante la eliminación de componentes polares de una corriente de reciclaje de bucle, o mediante el uso de una configuración del sistema de reacción, de modo que solo se utilice etileno fresco para fabricar el polímero de la invención. No es típico que solo se requiera etileno purificado para fabricar el polímero a base de etileno. En tales casos, se puede usar etileno del bucle de reciclaje. En una realización, el polímero a base de etileno es un LDPE.

Iniciadores

El proceso para producir el polímero de LDPE de la presente descripción es un proceso de polimerización por radicales libres. El tipo de iniciador de radicales libres que se utilizará en el presente proceso no es crítico, pero preferentemente uno de los iniciadores aplicados debe permitir un funcionamiento a alta temperatura en el intervalo de 300 °C a 350 °C. Ejemplos de iniciadores de radicales libres adecuados incluyen peróxidos orgánicos, tales como perésteres, percetales, peroxi cetonas, percarbonatos y peróxidos multifuncionales cíclicos. Estos iniciadores de tipo peroxi orgánicos se añaden al reactor del 0,005 % en peso al 0,2 % en peso, con respecto al peso total de los monómeros polimerizables en el reactor. Los peróxidos se inyectan típicamente como soluciones diluidas en un disolvente adecuado, por ejemplo, en un disolvente de tipo hidrocarburo.

Otros iniciadores adecuados incluyen ésteres azodicarboxílicos, dinitrilos azodicarboxílicos y derivados de 1,1,2,2-tetrametiletano, y otros componentes capaces de formar radicales libres en el intervalo de temperatura de funcionamiento deseado.

Definiciones

Salvo que se indique lo contrario, sea implícito en el contexto, o habitual en la técnica, todas las partes y porcentajes son en peso y todos los métodos de ensayo están actualizados a la fecha de presentación de la presente descripción.

Los términos “mezcla” o “mezcla de polímeros”, como se usan en esta descripción, significan una mezcla física íntima de dos o más polímeros sin reacción química entre los polímeros. Una mezcla puede ser miscible y sin separación de fases a nivel molecular o puede ser inmiscible y mostrar algún grado de separación de fases a nivel molecular. Una mezcla puede incluir, pero no tiene por qué incluir, una o más configuraciones de dominio que se pueden determinar a partir de espectroscopía electrónica de transmisión, dispersión de luz, dispersión de rayos X y otros métodos conocidos en la técnica. La mezcla puede verse afectada por el mezclado físico de los dos o más polímeros a nivel macro o a nivel micro. Los ejemplos de mezcla física a nivel macro incluyen la mezcla en estado fundido de resinas o la composición. Un ejemplo de mezcla física a nivel micro incluye la formación simultánea de los dos o más polímeros dentro del mismo reactor.

El término “polímero” se refiere a una molécula polimérica preparada mediante la polimerización de monómeros, ya sean del mismo tipo o de un tipo diferente. Por lo tanto, el término genérico polímero abarca los términos “homopolímero” y “copolímero”. El término “homopolímero” se refiere a polímeros preparados a partir de solo un tipo de monómero; el término “copolímero” se refiere a polímeros preparados a partir de dos o más monómeros diferentes.

La expresión “polímero a base de etileno” o “polímero de etileno” se refiere a un polímero que comprende una cantidad mayoritaria de etileno polimerizado, con respecto al peso total del polímero. Los polímeros a base de etileno y los polímeros de etileno pueden ser homopolímeros de etileno o pueden incluir uno o más de un comonómero, siempre que el etileno tenga la mayor fracción en peso del polímero, entre todos los monómeros en el polímero.

El término “monómero de ácido monocarboxílico” significa una molécula que tiene una porción reactiva, tal como un vinilo o vinileno, que puede unirse a otros monómeros para formar un polímero y un resto de ácido carboxílico (-C(O)OH) que no está incluido en la parte reactiva. Por ejemplo, el ácido (met)acrílico es un monómero de ácido monocarboxílico, en el que el vinileno es la porción reactiva y hay un ácido carboxílico. El término “ácido (met)acrílico” incluye ácido metacrílico y/o ácido acrílico y “(met)acrilato” incluye metacrilato, acrilato o combinaciones de metacrilato y acrilato.

Métodos de ensayo

Densidad: Las muestras para medición de densidad se preparan según la norma ASTM D 1928. Las muestras de polímero se prensan a 190 °C y 207 MPa (30.000 psi) durante tres minutos, y luego a 21 °C y 207 MPa durante un minuto. Las mediciones se realizan en el trascurso de no más de una hora tras el prensado de la muestra usando ASTM D792, Método B.

Índice de fusión: El índice de fusión, o I_2 , (gramos/10 minutos o dg/min) se mide de acuerdo con ASTM D 1238, Condición 190 °C/2, 16 kg, Procedimiento B.

Cromatografía de permeación en gel de triple detector (3D-GPC)

El sistema cromatográfico incluye un cromatógrafo GPC de alta temperatura PolymerChar GPC-IR (Valencia, España) equipado con un detector de infrarrojos IR5 interno (IR5) acoplado a un detector de dispersión de luz láser (LS) de 2 ángulos de Precision Detectors (Now Agilent Technologies) Modelo 2040. Para todas las mediciones de dispersión de la luz, se utiliza el ángulo de 15 grados. El compartimiento del horno automuestreador se ajusta a 160 °C, y el compartimiento de la columna se ajusta a 150 °C. Las columnas que se pueden usar incluyen 4 columnas de lecho mixto lineales Agilent “Mixto A” de 30 cm y 20 micrómetros. El disolvente cromatográfico que puede usarse incluye 1,2,4 triclorobenceno y que contiene 200 ppm de hidroxitolueno butilado (BHT). La fuente de disolvente se burbujea con nitrógeno. El volumen de inyección que se puede usar incluye 200 microlitros (µL) y la velocidad de flujo fue de 1,0 mililitros/minuto.

La calibración del conjunto de columnas de GPC se realiza con al menos 20 patrones de poliestireno de distribución de peso molecular estrecha con pesos moleculares que varían de 580 a 8.400.000 dispuestos en 6 mezclas de “cóctel” con al menos una década de separación, lo que significa que hay un orden de magnitud de aproximadamente un factor de 10, entre pesos moleculares individuales. Los patrones se adquieren de Agilent Technologies. Los patrones de poliestireno se preparan a 0,025 gramos en 50 mililitros de disolvente para pesos moleculares iguales o superiores a 1.000.000 y 0,05 gramos en 50 mililitros de disolvente para pesos moleculares inferiores a 1.000.000. Los patrones de poliestireno se disuelven a 80 grados Celsius con agitación suave durante 30 minutos. Los pesos moleculares máximos estándar de poliestireno se convierten en pesos moleculares de polietileno usando la ecuación 1 (como se describe en Williams y Ward, J. Polym. Sci., Polym. Let., 6, 621 (1968)).:

$$M_{\text{polietileno}} = A \times (M_{\text{poliestireno}})^B \quad (\text{EC1})$$

donde M es el peso molecular, A tiene un valor de 0,4315 y B es igual a 1,0.

Se utiliza un polinomio de quinto orden para ajustar los respectivos puntos de calibración equivalentes al polietileno. Se realiza un pequeño ajuste a A (de aproximadamente 0,415 a 0,44) para corregir la resolución de la columna y los efectos de ancho de banda de modo que se obtiene el patrón NIST NBS 1475 a 52,000 g/mol Mw.

Se realiza el recuento total de placas del conjunto de columnas GPC con eicosano (preparado a 0,04 g en 50 mililitros de TCB y disuelto durante 20 minutos con agitación suave). El recuento de placas (ecuación 2) y simetría (ecuación 3) se miden en una inyección de 200 microlitros según las siguientes ecuaciones:

$$\text{Recuento de placas} = 5.54 * \left(\frac{(\text{RV}_{\text{pico máx.}})}{\text{Ancho de pico en } \frac{1}{2} \text{ altura}} \right)^2 \quad (\text{EC2})$$

donde RV es el volumen de retención en mililitros, el ancho de pico está en mililitros, el pico máx. es la altura máxima del pico, y $\frac{1}{2}$ de altura es $\frac{1}{2}$ de altura del pico máximo.

$$\text{Simetría} = \frac{(\text{RV}_{\text{a una décima parte de la altura de pico trasero}} - \text{RV}_{\text{pico máx.}})}{(\text{RV}_{\text{pico máx.}} - \text{RV}_{\text{a una décima parte de la altura de pico delantero}})} \quad (\text{EC3})$$

donde RV es el volumen de retención en mililitros y la anchura de pico es en mililitros, el pico máx. es la posición máxima del pico, una décima altura es 1/10 de altura del pico máximo, y donde el pico trasero se refiere a la cola de pico en volúmenes de retención posteriores al pico máx., y donde el pico frontal se refiere al frente de pico en volúmenes de retención anteriores al pico máx. El recuento de placas para el sistema cromatográfico debería ser mayor que 24.000 y la simetría debería estar entre 0,98 y 1,22.

Las muestras se preparan de manera semiautomática con el software PolymerChar “Instrument Control”, donde las muestras son de un peso específico a 2 mg/mL, y el disolvente (contenía 200 ppm de BHT) se añadió a un vial con tapa de septa rociado con nitrógeno, a través del automuestreador de alta temperatura PolymerChar. Las muestras se disolvieron durante 2 horas a 160 °Celsius bajo agitación de “baja velocidad”.

Los cálculos de $Mn_{(GPC)}$, $Mw_{(GPC)}$, y $Mz_{(GPC)}$ se basan en los resultados de GPC utilizando el detector IR5 interno (canal de medición) del cromatógrafo de PolymerChar GPC-IR según las ecuaciones 4-6, usando el software PolymerChar GPCOne™, el cromatograma IR sustraído de referencia en cada punto de recolección de datos igualmente separado (i), y el peso molecular equivalente de polietileno obtenido de la curva de calibración estándar de tolerancia estrecha para el punto (i) de la ecuación 1.

$$Mn_{(GPC)} = \frac{\sum_i IR_i}{\sum_i \left(\frac{IR_i}{M_{\text{polietileno}_i}} \right)} \quad (\text{EC 4})$$

$$M_{W(GPC)} = \frac{\sum_i (IR_i * M_{polietileno_i})}{\sum_i IR_i} \quad (EC 5)$$

$$M_{Z(GPC)} = \frac{\sum_i (IR_i * M_{polietileno_i}^2)}{\sum_i (IR_i * M_{polietileno_i})} \quad (EC 6)$$

5 Para monitorizar las desviaciones a lo largo del tiempo, se introduce un marcador de caudal (decano) en cada muestra a través de una microbomba controlada con el sistema PolymerChar GPC-IR. Este marcador de tasa de flujo (FM) se usó para corregir linealmente la tasa de flujo de bombeo (tasa de flujo (nominal)) para cada muestra mediante la alineación RV del respectivo pico de decano dentro de la muestra (RV (FM muestra)) a la del pico de decano dentro de la calibración de patrones estrecha (RV (FM calibrado)). Se supone que cualquier cambio en el tiempo del pico del marcador de decano está relacionado con un cambio lineal en el caudal (caudal(efectivo)) para toda la ejecución. Para facilitar la mayor precisión de una medición de RV del pico del marcador de flujo, se usa una rutina de ajuste de mínimos cuadrados para ajustar el pico del cromatograma de concentración de marcador de flujo a una ecuación cuadrática. La primera derivada de la ecuación cuadrática se utiliza para resolver la verdadera posición del pico. Después de calibrar el sistema basándose en un pico de marcador de flujo, la tasa de flujo efectiva (con respecto a la calibración de patrones estrecha) se calcula como la ecuación 7. El procesamiento del pico del marcador de flujo se realizó mediante el software PolymerChar GPCOne™. La corrección de tasa de flujo aceptable es tal que la tasa de flujo efectiva debería no desviarse en más de +/- 2 % de la tasa de flujo nominal.

$$\text{Caudal}_{(\text{efectivo})} = \text{Caudal}_{(\text{nominal})} * (RV_{(\text{calibrado FM})} / RV_{(\text{muestra FM})}) \quad (EC7)$$

20 La estrategia sistemática para la determinación de las compensaciones multidetector se realiza de una manera coherente con la publicada por Balke, Mourey y col. (Mourey y Balke, Chromatography Polym. Cap. 12, (1992)) (Balke, Thitiratsakul, Lew, Cheung, Mourey, Chromatography Polym. Cap. 13, (1992)), optimizando los resultados del log del detector triple (MW y IV) de un patrón amplio de homopolímero de polietileno ($M_w/M_n > 3$) a los resultados de la calibración de la columna de patrón estrecho a partir de la curva patrón de calibración estrecha utilizando el software PolymerChar GPCOne™.

Resistencia a la adhesión en caliente

30 Las mediciones de adhesión en caliente en la película se realizan utilizando una máquina para ensayos comercial Enepay según ASTM F-1921 (Método B). Antes de la prueba, las muestras se acondicionan durante un mínimo de 40 h a 23 °C y 50 % de HR (humedad relativa) según la norma ASTM D-618 (procedimiento A). La prueba de adherencia en caliente simula el llenado de material en una bolsa o saco antes de que el sello haya tenido la oportunidad de enfriarse completamente.

35 Del sustrato recubierto se cortan láminas de dimensiones 21,6 cm (8,5 pulgadas) por 35,6 cm (14 pulgadas), con la dimensión más larga en la dirección de la máquina. Se cortan tiras de 2,5 cm (1 pulgada) de ancho y 35,6 cm (14 pulgadas) de largo del sustrato recubierto. Basta con que las muestras tengan la longitud suficiente para la sujeción. Las pruebas se realizan en estas muestras en un rango de temperaturas y los resultados se informan como la carga máxima en función de la temperatura de la barra de sellado. Los escalones de temperatura típicos son de 5 °C o 10 °C, realizando 6 réplicas a cada temperatura. Para los fines de esta descripción, los ensayos según ASTM F-1921 (Método B) se completaron con:

40 Dimensión de la muestra: 2,54 cm (1,0 pulgada) x 35,6 cm (14 pulgadas)

Longitud de la probeta: 25,4 mm (1,0 pulgada)

45 Presión de sellado: 0,275 N/mm²

Tiempo de permanencia de sellado: 0,5 s

Tiempo de retraso: 0,18 s

50 Velocidad de desprendimiento: 200 mm/s

Profundidad del sello = 1,3 cm (0,5 pulgadas)

ES 2 954 634 T3

Espesor de la muestra = 183 µm (7,2 milésimas de pulgada)

Espesor del recubrimiento = 30,5 µm (1,2 milésimas de pulgada)

Papel Kraft = 152 µm (6,0 milésimas de pulgada)

Los datos se indican como una curva de adhesión en caliente donde la fuerza de adhesión en caliente media (N) se representa en función de la temperatura. El sustrato recubierto está compuesto por el polímero recubierto por extrusión sobre papel Kraft. El espesor del papel Kraft es de 152 µm (6 milésimas de pulgada). El espesor del recubrimiento es de 30,5 µm (1,2 milésimas de pulgada).

El promedio de mejora en la resistencia a la adhesión en caliente (N/pulg.) se calcula a partir de la siguiente ecuación (para el cálculo se seleccionan los valores de resistencia a la adhesión en caliente a cinco temperaturas de la barra de sellado de 120, 130, 140, 150 y 160 °C):

$$\frac{\sum_{i=120}^{160} (Resistencia\ a\ la\ adhesión\ en\ caliente\ de\ LDPE\ +\ ionómero) - (Resistencia\ de\ adhesión\ en\ caliente\ de\ LDPE\ puro)}{5} \text{ a } T_i$$

Resistencia al desprendimiento medida mediante la prueba de pelado

El polímero o la mezcla de polímeros se recubre por extrusión sobre una lámina de aluminio (lámina de aluminio laminada con LDPE y papel blanco con un espesor total de 132 a 140 µm (5,2 a 5,5 mil)) mediante un proceso de recubrimiento por extrusión. El recubrimiento se aplica al lado de aluminio y tiene un espesor de 30,5 µm (1,2 milésimas de pulgada). La cinta enmascarante se coloca en una parte de la lámina de aluminio antes de extrudirse el polímero o la mezcla de polímeros y de recubrirlo sobre la lámina de aluminio. Dado que hay una adhesión débil entre la cinta enmascarante y el recubrimiento, la cinta enmascarante se puede despegar del recubrimiento antes de la prueba de pelado. Luego, se utiliza la prueba de pelado para obtener la resistencia al desprendimiento entre el recubrimiento y la lámina de aluminio.

Antes de analizar la fuerza de adhesión, las muestras se acondicionan durante un mínimo de 40 h a 23 °C (± 2 °C) y 50 % (± 10 %) de humedad relativa (HR).

La lámina recubierta por extrusión que se va a someter a prueba se corta en tiras de 2,54 cm (1 pulgada) de ancho a lo largo de la dirección de la máquina con el lado más largo orientado a lo largo de la dirección de la máquina. El recubrimiento se despega de la lámina de aluminio (comenzando desde la ubicación con la cinta enmascarante), y luego las dos mordazas de la máquina de prueba de tracción agarran los extremos del recubrimiento despegado y la lámina de aluminio. A continuación, se tira lentamente de toda la muestra a 2,54 cm/min (1 pulgada/min) para eliminar la holgura. A continuación, la muestra se somete a prueba a 30,5 cm/min (12 pulg./min), y se indican la carga máxima y la carga media de más de 7,62 cm (3 pulgadas) (de 2,54 cm (1 pulgada) a 10,2 cm (4 pulgadas)).

La mejora de la resistencia al desprendimiento (%) se obtiene a partir de la siguiente ecuación.

$$\frac{(resistencia\ al\ desprendimiento\ de\ LDPE\ +\ ionómero) - (resistencia\ al\ desprendimiento\ de\ LDPE\ puro)}{resistencia\ al\ desprendimiento\ de\ LDPE\ puro} * 100$$

La resistencia al desprendimiento es la carga máxima obtenida de la prueba de pelado, y la resistencia al desprendimiento informada es la media de cinco muestras sometidas a prueba.

Recubrimiento de extrusión

El ensayo de recubrimiento por extrusión se realiza utilizando los siguientes procedimientos de recubrimiento estándar. En resumen, los recubrimientos monocapa se extruden utilizando una línea de recubrimiento por extrusión de 3 capas, utilizando solo el extrusor primario de 8,9 cm (3,5 pulgadas) de diámetro (30:1 L/D) alimentada por un accionamiento Eurotherm de 150 HP. El cilindro del extrusor consta de 6 zonas de calentamiento con un perfil de temperatura de las zonas 1 a 6 = 179/230/286/316/317/318 °C (354/446/546/601/603/605 °F). Se utiliza un troquel de cubierta interno Cloeren EBR III (Edge Bead Reduction) de 76,2 cm (30 pulgadas), y se establecieron un espacio de troquel de 0,5-0,6 mm (0,020") y un espacio de aire de 153 mm (6 pulgadas). La línea está equipada con un rodillo de enfriamiento de 76,2 cm (30 pulgadas), un rodillo prensador, un rodillo de respaldo y una cortadora de cizalla.

Las ejecuciones de recubrimiento por extrusión se realizan a 30 gsm (gramos por metro cuadrado) a 315 °C (600 °F), velocidad del tornillo de 90 RPM y 114 kg/h (250 lb/h), 61,0 cm (24 pulgadas) de ancho del troquel, 508 µm (20 milésimas de pulgada) de separación del troquel, lo que se traduce en un espesor de recubrimiento de 30,5 µm (1,2 milésimas de pulgada) a 134 m/min (440 pies/min).

Ejemplos

Se prepararon composiciones ilustrativas y se midieron las características del polímero de cada una.

5 Tabla 1: Composición y características de los polímeros ionoméricos en las mezclas ilustrativas y comparativas

Ionómero o copolímero ácido	Índice de fusión (dg/min)	Nivel de ácido inicial (% en peso)	Porcentaje de neutralización (%)	Tipo de ion	Termonómero de iBA* (% en peso)
Ionómero 1	1,3	10	55	Sodio	4
Ionómero 2	0,8	15	56	Sodio	0
Ionómero 3	3,5	15	27	Sodio	0
Copolímero ácido A	10	9	0	ninguno	0

*iBA es una abreviatura de acrilato de iso-butilo.

Tabla 2: Composición y características de los polímeros de LDPE en las mezclas ilustrativas y comparativas

Muestras	Índice de fusión (dg/min)	MWD (Mw/Mn, Conv.)	Densidad (g/cm ³)
AGILITY™ EC 7000	3,9	8,82	0,919
Dow LDPE 5005	5,7	9,29	0,922
AGILITY™ EC 7030	2,5	8,97	0,918
Dow LDPE 722	8,0	10,81	0,918
Dow LDPE 4016	16	9,54	0,919
Dow LDPE 4010	10	> 11,0	0,917
Dow LDPE 6211	2,3	> 11,0	0,918

™Marca registrada de Dow Inc.

- 10 Los Ejemplos 1 a 6 y los Ejemplos comparativos C1 a C22 se prepararon mezclando en seco el LDPE y el ionómero o copolímero ácido primero a través de un mezclador de tambor, y a continuación la mezcla se alimentó a la tolva del extrusor para completar el proceso de recubrimiento por extrusión.
- 15 El Ejemplo 1 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de AGILITY™ EC 7000 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 1 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.
- 20 El Ejemplo 2 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 5005 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 1 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.
- 25 El Ejemplo 3 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de AGILITY™ EC 7030 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 1 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.
- El Ejemplo 4 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de AGILITY™ EC 7000 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 2 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.
- 30 El Ejemplo 5 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 5005 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 2 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.
- 35 El Ejemplo 6 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de AGILITY™ EC 7030 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 2 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

ES 2 954 634 T3

El Ejemplo Comparativo C1 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 6211 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 1 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

5 El Ejemplo Comparativo C2 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 5005 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 3 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

10 El Ejemplo Comparativo C3 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 722 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 3 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

15 El Ejemplo Comparativo C4 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 4016 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 3 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

20 El Ejemplo Comparativo C5 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 4010 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 3 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

El Ejemplo Comparativo C6 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 6211 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 3 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

25 El Ejemplo Comparativo C7 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 722 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 2 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

30 El Ejemplo Comparativo C8 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 4016 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 2 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

35 El Ejemplo Comparativo C9 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 6211 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 2 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

40 El Ejemplo Comparativo C10 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 722 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 1 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

El Ejemplo Comparativo C11 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 4016 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 1 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

45 El Ejemplo Comparativo C12 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 4010 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 1 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

50 El Ejemplo Comparativo C13 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de AGILITY™ EC 7000 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 3 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

55 El Ejemplo Comparativo C14 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de AGILITY™ EC 7030 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 3 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

60 El Ejemplo Comparativo C15 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 4010 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Ionómero 2 fabricado por Dow Inc. como copolímero de ionómero neutralizado con sodio.

El Ejemplo Comparativo C16 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de AGILITY™ EC 7000 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Copolímero Ácido A fabricado por Dow Inc.

65 El Ejemplo Comparativo C17 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 5005 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Copolímero Ácido A fabricado por Dow Inc.

ES 2 954 634 T3

El Ejemplo Comparativo C18 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 722 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Copolímero Ácido A fabricado por Dow Inc.

5 El Ejemplo Comparativo C19 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 4016 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Copolímero Ácido A fabricado por Dow Inc.

El Ejemplo Comparativo C20 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 4010 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Copolímero Ácido A fabricado por Dow Inc.

10 El Ejemplo Comparativo C21 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de AGILITY™ EC 7030 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Copolímero Ácido A fabricado por Dow Inc.

15 El Ejemplo Comparativo C22 fue una mezcla de polímeros preparada a partir de 95 % en peso de LDPE 6211 fabricado por Dow Inc. como componente de LDPE y 5 % de Copolímero Ácido A fabricado por Dow Inc.

Las características de cada una de las mezclas de polímeros y polímeros comparativos se resumen en las Tablas 1-5. Los polímeros se sometieron a prueba utilizando los métodos descritos anteriormente.

20 Tabla 3: Aumento de la resistencia a la adhesión en caliente y mejora de la resistencia al desprendimiento

Ejemplo	Promedio de mejora de la resistencia a la adhesión en caliente (N/pulg.) (1 N/pulg. = 39,37 N/m)	Resistencia al desprendimiento mejorada (%)
Ejemplo 1	2,7	242
Ejemplo 2	1,2	348
Ejemplo 3	4,1	39
Ejemplo 4	2,7	207
Ejemplo 5	1,1	426
Ejemplo 6	3,6	103
Comparativo C1	No procesable*	
Comparativo C2	0,5	171
Comparativo C3	0,4	36
Comparativo C4	0,8	5
Comparativo C5	0,4	0
Comparativo C6	No procesable*	
Comparativo C7	0,2	411
Comparativo C8	0,0	87
Comparativo C9	No procesable*	
Comparativo C10	0,9	126
Comparativo C11	1,4	78
Comparativo C12	1,1	0
Comparativo C13	1,1	100
Comparativo C14	1,4	18
Comparativo C15	1,6	1
Comparativo C16	0,0	94
Comparativo C17	0,0	11
Comparativo C18	0,3	42

ES 2 954 634 T3

Ejemplo	Promedio de mejora de la resistencia a la adhesión en caliente (N/pulg.) (1 N/pulg. = 39,37 N/m)	Resistencia al desprendimiento mejorada (%)
Comparativo C19	0,3	183
Comparativo C20	0,2	0
Comparativo C21	0,0	34
Comparativo C22	No procesable*	

*La mezcla no se puede ejecutar en la línea de recubrimiento por extrusión con una velocidad de línea ≥ 134 m/min (440 pies/min). (los métodos de fabricación se describen previamente)

Los cálculos para determinar la mejora en N/pulg. y el porcentaje de mejora de la resistencia al desprendimiento y la mejora de la adhesión en caliente se describieron anteriormente.

5 Tabla 4: Resistencia de adhesión en caliente de mezclas de polímeros ilustrativas

Ejemplo	Resistencia a la adhesión en caliente (N/pulg) (1 N/pulg. = 39,37 N/m)						
	100 °C	110 °C	120 °C	130 °C	140 °C	150 °C	160 °C
AGILITY™ EC 7000	0,070	0,797	6,65	7,11	6,77	6,30	5,72
LDPE 5005	0,100	0,353	8,00	7,60	7,98	8,53	7,64
LDPE 722	0,176	0,427	8,27	8,98	9,24	7,70	6,46
LDPE 4016	0,167	0,939	10,53	9,28	7,90	7,09	6,66
LDPE 4010	0,0867	1,83	8,90	8,37	7,62	6,82	6,45
AGILITY™ EC 7030	0,0567	2,60	5,05	5,23	5,23	5,32	4,27
Ejemplo 1	0,107	5,42	8,02	9,87	10,03	9,68	8,40
Ejemplo 2	0,126	0,198	8,61	9,43	10,27	9,32	8,12
Ejemplo 3	0,067	5,58	7,71	8,90	10,06	9,57	9,57
Ejemplo 4	0,155	0,898	9,03	9,06	9,94	10,14	8,93
Ejemplo 5	0,0833	0,163	9,11	10,22	9,69	8,38	7,61
Ejemplo 6	0,093	3,01	7,20	9,87	9,77	8,79	7,85
Comp. C1	--No procesable*	--	--	--	--	--	--
Comp. C2	0,151	0,202	7,76	8,91	9,40	8,65	7,70
Comp. C3	0,107	3,81	9,54	10,11	8,68	7,05	7,18
Comp. C4	0,167	3,59	11,63	9,91	8,83	8,10	6,94
Comp. C5	0,073	4,21	9,32	8,85	7,99	7,31	6,79
Comp. C6	--No procesable*	--	--	--	--	--	--
Comp. C7	0,152	1,07	8,98	9,24	8,58	7,93	7,13
Comp. C8	0,090	5,02	12,11	9,01	7,24	6,74	6,51
Comp. C10	0,090	2,43	10,34	10,53	9,23	8,08	7,19
Comp. C11	0,174	1,10	12,53	10,37	9,02	8,81	7,73
Comp. C12	0,187	1,32	9,55	9,31	9,32	8,55	7,00
Comp. C13	0,077	4,16	7,53	7,74	7,62	7,89	7,23

ES 2 954 634 T3

Ejemplo	Resistencia a la adhesión en caliente (N/pulg) (1 N/pulg. = 39,37 N/m)						
	100 °C	110 °C	120 °C	130 °C	140 °C	150 °C	160 °C
Comp. C14	0,103	2,41	5,96	6,77	7,07	6,38	6,23
Comp. C15	0,157	4,06	10,36	10,05	8,81	8,74	8,01
Comp. C16	0,093	3,20	6,18	7,21	6,83	6,53	5,98
Comp. C17	0,158	0,141	7,50	7,62	7,97	8,15	6,85
Comp. C18	0,169	0,611	9,05	9,18	8,86	8,13	7,13
Comp. C19	0,165	0,875	11,48	9,944	8,13	7,26	6,08
Comp. C20	0,077	4,00	8,22	8,82	8,06	7,27	6,92
Comp. C21	0,103	2,38	4,57	4,86	5,53	4,88	4,60
Comp. C22	No procesable*	--	--	--	--	--	--

5

La Figura 1, una gráfica de la resistencia a la adhesión en caliente en función de las temperaturas de la barra de sellado muestra que el Ejemplo 3 tiene una mayor resistencia a la adhesión en caliente que el AGILITY™ EC 7030 comparativo. Los resultados de la Figura 1 ilustran que la mezcla de un ionómero y un polímero de LDPE tiene una mayor resistencia a la adhesión en caliente que una resina de LDPE.

Tabla 5: Datos de resistencia al desprendimiento de mezclas de polímeros ilustrativas

Ejemplo	Resistencia al desprendimiento (N/pulg.) (1 N/pulg. = 39,37 N/m)	
AGILITY™ EC 7000	Carga máxima	1,14
	Carga media	0,625
LDPE 5005	Carga máxima	0,468
	Carga media	0,197
LDPE 722	Carga máxima	0,402
	Carga media	0,196
LDPE 4016	Carga máxima	0,343
	Carga media	0,0674
LDPE 4010	Carga máxima	0,417
	Carga media	0,0628
AGILITY™ EC 7030	Carga máxima	2,29
	Carga media	1,55
Ejemplo 1	Carga máxima	3,92
	Carga media	3,32
Ejemplo 2	Carga máxima	2,10
	Carga media	1,52
Ejemplo 3	Carga máxima	3,18
	Carga media	2,71
Ejemplo 4	Carga máxima	3,53
	Carga media	2,92
Ejemplo 5	Carga máxima	2,46

ES 2 954 634 T3

Ejemplo	Resistencia al desprendimiento (N/pulg.) (1 N/pulg. = 39,37 N/m)	
	Carga media	
Ejemplo 6	Carga máxima	1,79
	Carga media	4,66
Comp. C1	Carga máxima	2,42
	Carga media	no procesable*
Comp. C2	Carga máxima	--
	Carga media	1,27
Comp. C3	Carga máxima	0,814
	Carga media	0,548
Comp. C4	Carga máxima	0,255
	Carga media	0,362
Comp. C5	Carga máxima	0,136
	Carga media	0,389
Comp. C6	Carga máxima	0,173
	Carga media	No procesable*
Comp. C7	Carga máxima	--
	Carga media	2,05
Comp. C8	Carga máxima	1,53
	Carga media	0,640
Comp. C10	Carga máxima	0,326
	Carga media	0,910
Comp. C11	Carga máxima	0,514
	Carga media	0,611
Comp. C12	Carga máxima	0,220
	Carga media	0,387
Comp. C13	Carga máxima	0,157
	Carga media	2,30
Comp. C14	Carga máxima	1,69
	Carga media	2,71
Comp. C15	Carga máxima	2,00
	Carga media	0,420
Comp. C16	Carga máxima	0,200
	Carga media	2,23
Comp. C17	Carga máxima	1,72
	Carga media	0,519
Comp. C18	Carga máxima	0,251
	Carga media	0,570
Comp. C19	Carga máxima	0,205
	Carga media	0,971

ES 2 954 634 T3

Ejemplo	Resistencia al desprendimiento (N/pulg.) (1 N/pulg. = 39,37 N/m)	
	Carga media	0,411
Comp. C20	Carga máxima	0,369
	Carga media	0,138
Comp. C21	Carga máxima	3,07
	Carga media	2,57
Comp. C22	Carga máxima	No procesable*
	Carga media	--

REIVINDICACIONES

1. Una mezcla de polímeros que comprende:
- 5 al menos 90 % en peso de polímero de polietileno de baja densidad (LDPE), en donde el polímero de LDPE tiene un índice de fusión (I_2) de 2 a 6 g/10 min determinado según ASTM D1238 (190 °C, 2,16 kg, Procedimiento B), y una distribución de peso molecular (MWD = M_w/M_n) de 5 a 11 según lo determinado por un método de cromatografía de permeación en gel convencional; y
- 10 de 1 % en peso a 10 % en peso de ionómero, comprendiendo el ionómero un copolímero de ácido de etileno que tiene de 15 % a 70 % de los grupos de ácido carboxílico neutralizados como sales de ácido carboxílico que comprenden cationes de sodio con respecto al número total de grupos de ácido en el polímero, en donde el copolímero de ácido de etileno es el producto de reacción polimerizado de:
- 15 al menos 50 % en peso de etileno, con respecto al % en peso total de los monómeros presentes en el copolímero de ácido de etileno;
- de 2 % en peso a 30 % en peso de monómero de ácido monocarboxílico, con respecto al % en peso total de los monómeros presentes en el copolímero de ácido de etileno; y
- 20 de 0 % en peso a 25 % en peso de acrilato de alquilo, con respecto al % en peso total de los monómeros presentes en el copolímero de ácido de etileno.
2. La mezcla de polímeros de la reivindicación 1, en donde el LDPE tiene una densidad de 0,910 g/cc a 0,930 g/cc y una distribución de peso molecular convencional de 8,5 a 11.
- 25 3. La mezcla de polímeros de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el LDPE tiene un índice de fusión I_2 de 2 g/10 min a 4,5 g/10 min.
4. La mezcla de polímeros de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el ionómero tiene un índice de fusión (I_2) de 0,5 g/10 mins a 15 g/10 min.
- 30 5. La mezcla de polímeros de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el ionómero tiene un índice de fusión (I_2) de 0,5 g/10 min a 4 g/10 min.
6. La mezcla de polímeros de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la mezcla de polímeros comprende de 1 % en peso a 5 % en peso del ionómero.
- 35 7. La mezcla de polímeros de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el ionómero tiene de 40 % a 60 % de grupos de ácido neutralizados por catión de sodio con respecto al número total de grupos de ácido.
- 40 8. La mezcla de polímeros de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el copolímero de ácido de etileno comprende al menos 70 % en peso de etileno, y de 8 % en peso a 25 % en peso de monómero de ácido monocarboxílico; o en donde el copolímero de ácido de etileno comprende al menos 70 % en peso de etileno, y de 8 % en peso a 20 % en peso de monómero de ácido monocarboxílico.
- 45 9. La mezcla de polímeros de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el acrilato de alquilo comprende acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de n-butilo o acrilato de iso-butilo, o combinaciones de estos, y el monómero de ácido monocarboxílico comprende uno o más de ácido acrílico, ácido metacrílico o combinaciones de estos.
- 50 10. Un sustrato recubierto que comprende:
- un sustrato; y
- un recubrimiento que comprende la mezcla de polímeros de cualquiera de las reivindicaciones anteriores adherida al sustrato.
- 55 11. El sustrato recubierto de la reivindicación 10, en donde el sustrato comprende un sustrato de metal, un sustrato de papel o un sustrato de polímero.
- 60 12. El sustrato recubierto de la reivindicación 11, en donde el sustrato polimérico comprende poliéster o poliéster metalizado.
13. El sustrato recubierto de la reivindicación 11, en donde el sustrato de polímero está metalizado.
- 65 14. El sustrato recubierto de la reivindicación 11, en donde el sustrato polimérico es polipropileno, polietileno, polipropileno metalizado o polietileno metalizado.

15. Una película que comprende la mezcla de polímeros de cualquiera de las reivindicaciones 1-9.

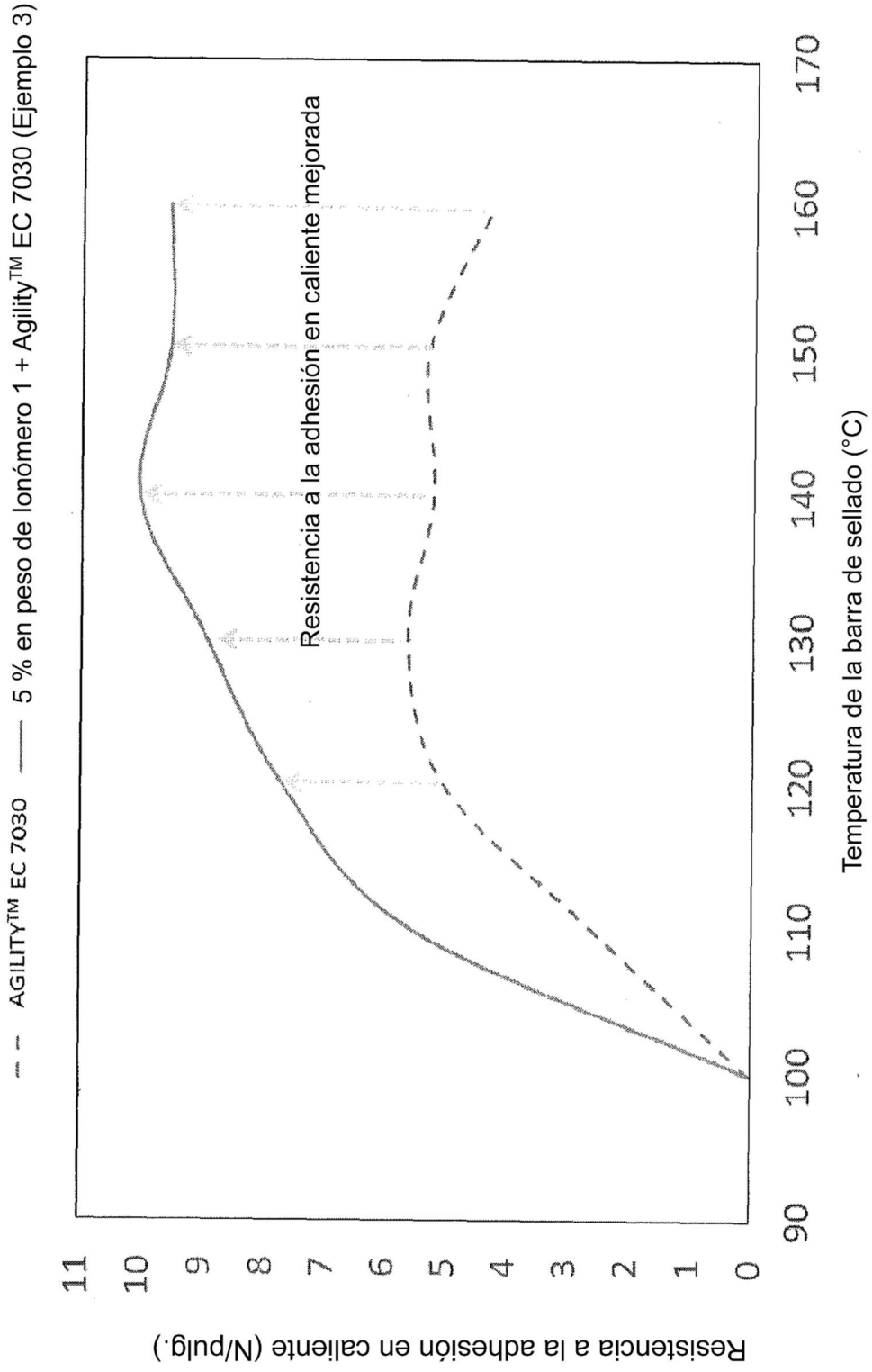


FIG. 1