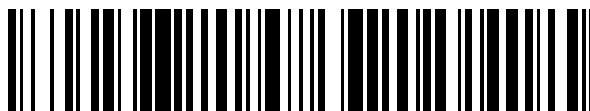


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 883 652**

51 Int. Cl.:

C09J 157/10 (2006.01)

C09J 133/04 (2006.01)

C09J 129/12 (2006.01)

C09J 4/00 (2006.01)

C09J 133/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.10.2015 PCT/US2015/056888**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.04.2016 WO16065133**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.10.2015 E 15852564 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.07.2021 EP 3209743**

54 Título: **Uso de materiales de cara de impresión en película para envases poliméricos**

30 Prioridad:

24.10.2014 US 201414523380

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

09.12.2021

73 Titular/es:

**SYNTHOMER USA LLC (100.0%)
160 Greentree Dr., Suite 101
Dover, DE 19904, US**

72 Inventor/es:

**LACHAPPELL, ANDREW y
GUO, JONG**

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 883 652 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

Uso de materiales de cara de impresión en película para envases poliméricos

5 **Datos de solicitud relacionada**

Esta solicitud reivindica el beneficio de la solicitud estadounidense n.º 14/523380, presentada el 24 de octubre de 2014.

10 **Campo de la invención**

La presente invención según las reivindicaciones 1 a 14 se refiere al uso de materiales de cara de impresión diseñados para retirarse en el reciclaje de envases poliméricos.

15 **Antecedentes de la invención**

En los últimos años, el uso de envases poliméricos (por ejemplo, de poli(tereftalato de etileno) (PET), polietileno de alta densidad (HDPE), poli(cloruro de vinilo) (PVC), polipropileno (PP) u otros tipos de plástico) ha aumentado debido a su ligereza y resistencia a la rotura. También ha aumentado el uso de etiquetas en película sensibles a la presión con sistemas de envases poliméricos debido al aspecto y resistencia a la humedad mejorados, y se desea la capacidad de reciclar tales materiales de envasado. Durante un procedimiento de reciclaje típico, se usa un baño cáustico caliente que contiene tensioactivo para desprender el copo de plástico triturado a partir de la etiqueta. Posteriormente, se separa el copo de plástico en un procedimiento de flotación-decantación a partir de la etiqueta retirada. La Asociación de recicladores de plástico tras el consumo (APR) ha establecido un protocolo para evaluar los sistemas de etiquetado para determinar su capacidad de reciclaje. No lograr retirar las etiquetas en película en el procedimiento de reciclaje estropea el color y reduce la claridad del PET reciclado.

Las etiquetas en película son más resistentes a las condiciones de reciclaje, lo cual conduce a una porción de la etiqueta todavía unida al final del procedimiento. Por tanto, será deseable que la etiqueta en película y el adhesivo se diseñen para desprenderse en la etapa de lavado del procedimiento de reciclaje y para separarse del PET en un líquido, mostrando una densidad relativa que permite la flotación o decantación de los componentes separados.

Los documentos US 2004/143058, US 2009/252959, US 4 529 772, US 5 563 241, US 2006/247367 y US 2014/069587 describen composiciones de PSA que tienen una alta adhesión resistente al desprendimiento a una gama de sustratos. El documento US 2014/069587 también describe la capacidad de reciclaje de materiales de cara de impresión basados en esas composiciones de PSA.

Por consiguiente, existe una necesidad de un adhesivo sensible a la presión (PSA) para etiquetas en película que pueda facilitar la separación en el procedimiento de reciclaje al tiempo que mantenga las propiedades de desempeño deseadas a lo largo de todo el ciclo de vida del artículo.

También existe una necesidad en la técnica de sistemas de envases poliméricos que puedan proporcionar un procedimiento de reciclaje que sea eficaz y rentable.

45 **Sumario de la invención**

Según las reivindicaciones 1 a 14, la presente invención se refiere al uso de un material de cara de impresión en película para envases poliméricos que comprende: una composición de adhesivo sensible a la presión que comprende una mezcla de monómeros, en el que la mezcla de monómeros comprende

(a) al menos un monómero que puede someterse a polimerización por radicales libres y cuyo homopolímero tiene una temperatura de transición vítrea de menos de o igual a 10°C que comprende al menos un éster de ácido (met)acrílico, seleccionado del grupo que consiste en acrilato de bencilo, acrilato de n-butilo, acrilato de sec-butilo, acrilato de cianoetilo, acrilato de iso-decilo, acrilato de n-decilo, acrilato de dodecilo, metacrilato de dodecilo, acrilato de 2-etoxietilo, acrilato de etilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de 2-etilhexilo, acrilato de n-hexilo, metacrilato de hexilo, acrilato de isobutilo, acrilato de isopropilo, acrilato de 2-metoxietilo, acrilato de metilo, metacrilato de octadecilo, metacrilato de octilo, acrilato de 2-feniletilo, acrilato de n-propilo y acrilato de 2,2,2-trifluoroetilo y combinaciones de los mismos,

(b) al menos un monómero mono-olefínicamente insaturado que tiene funcionalidad aldehído o cetona, y

(c) una cantidad eficaz de al menos un agente de reticulación de polihidrazida que tiene funcionalidad hidrazina; en el que la composición de adhesivo sensible a la presión muestra un valor de adhesión resistente al desprendimiento de entre 70 N/m (0,4 lb/in) y 700 N/m (4 lb/in) medido según la designación de la ASTM, norma D3330, método de prueba para determinar la adhesión resistente al desprendimiento de cinta sensible a la

presión; para lograr durante el reciclaje un porcentaje de película que queda en los envases poliméricos después de una prueba de flotación-decantación del 0% al 8% sometido a prueba tal como se describe en "APR Screening Plastic Label and Closure Floatability Test for PET Bottles" (véase www.plasticsrecycling.org).

5 Sumario de la figura

La figura 1 es un diagrama de dispersión de adhesión resistente al desprendimiento frente a capacidad de reciclaje para composiciones de PSA de la invención y composiciones de PSA de control.

10 Descripción detallada de la invención

Las composiciones de PSA retirables útiles en la invención de las reivindicaciones 1 a 14 incluyen una dispersión de polímero acrílico que contiene una mezcla de monómeros que tiene (a) al menos un monómero que puede someterse a polimerización por radicales libres. En las reivindicaciones 1 a 14, la mezcla de monómeros incluye al menos un éster de ácido acrílico o éster de ácido de (met)acrilato cuyo homopolímero tiene una temperatura de transición vítrea (Tg) de menos de o igual a 10°C, y (b) al menos un monómero mono-olefínicamente insaturado que tiene un grupo aldehído o cetona. La emulsión de la invención se hace reaccionar con (c) una cantidad eficaz de al menos un agente de reticulación de polihidrazida.

En las reivindicaciones 1 a 14, el al menos un éster de ácido acrílico o éster de ácido de (met)acrilato cuyo homopolímero tiene una temperatura de transición vítrea (Tg) de menos de o igual a 10°C incluye acrilato de bencilo, acrilato de n-butilo, acrilato de sec-butilo, acrilato de cianoetilo, acrilato de iso-decilo, acrilato de n-decilo, acrilato de dodecilo, metacrilato de dodecilo, acrilato de 2-etoxietilo, acrilato de etilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de 2-etilhexilo, acrilato de n-hexilo, metacrilato de hexilo, acrilato de isobutilo, acrilato de isopropilo, compuesto isotáctico, acrilato de 2-metoxietilo, acrilato de metilo, metacrilato de octadecilo, metacrilato de octilo, acrilato de 2-feniletilo, acrilato de n-propilo y acrilato de 2,2,2-trifluoroetilo, así como mezclas de los mismos.

En una realización, la Tg del homopolímero de éster de ácido acrílico o éster de ácido de (met)acrilato es de entre -100°C y 10°C o entre -70°C y 10°C o entre -70°C y -10°C.

En una realización, el al menos un éster de ácido acrílico o éster de ácido de (met)acrilato cuyo homopolímero tiene una temperatura de transición vítrea (Tg) de igual a o menos de 10°C está presente en una cantidad del 50% en peso al 95% en peso o del 70% en peso al 90% en peso basándose en el peso de la mezcla de monómeros.

En una realización, el al menos un éster de ácido acrílico cuyo homopolímero tiene una temperatura de transición vítrea (Tg) de igual a o menos de 10°C incluye acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de n-butilo o cualquier mezcla de los mismos.

Los monómeros mono-olefínicamente insaturados que tienen funcionalidad cetona o aldehído son monómeros que contienen un resto aldo o ceto y un doble enlace carbono-carbono polimerizable. Los ejemplos incluyen, pero no se limitan a, acroleína, metacroleína, vinilbenzaldehído, crotonaldehído, (met)acriloxialquilpropanales, acrilamida de diacetona (DAAM), acrilato de diacetona o cualquier mezcla o subconjunto de los mismos.

En una realización la cantidad de monómeros mono-olefínicamente insaturados que tienen funcionalidad aldehído o cetona está presente en una cantidad de >0,1% en peso o del 0,5 al 10% en peso o del 0,75% al 5% en peso, basándose en el peso de la mezcla de monómeros.

En una realización, los monómeros mono-olefínicamente insaturados que tienen funcionalidad cetona o aldehído incluyen acrilamida de diacetona, acrilato de diacetona, acroleína o cualquier mezcla de los mismos.

En una realización la mezcla de monómeros puede incluir opcionalmente uno o más ésteres de ácido acrílico o ésteres de ácido de (met)acrilato cuyo homopolímero tiene una Tg de más de 10°C tal como, por ejemplo de más de 10°C a aproximadamente 175°C. Los ejemplos incluyen, pero no se limitan a, metacrilato de bencilo, acrilato de t-butilo, metacrilato de 2-terc-butilaminoetilo, metacrilato de butilo, metacrilato de t-butilo, acrilato de ciclohexilo, metacrilato de ciclohexilo, metacrilato de dietilaminoetilo, metacrilato de dimetilaminoetilo, metacrilato de etilo, acrilato de hexadecilo, metacrilato de hexadecilo, acrilato de hexilo, metacrilato de 2-hidropropilo, metacrilato de 2-hidroxietilo, acrilato de isobornilo, metacrilato de isobornilo, metacrilato de isobutilo, metacrilato de isopropilo, metacrilato de metilo, compuesto atáctico, metacrilato de metilo, compuesto sindiotáctico, metacrilato de fenilo y metacrilato de trimetilsililo, así como mezclas o cualquier subconjunto de los mismos.

En una realización, el al menos un éster de ácido acrílico o éster de ácido de (met)acrilato cuyo homopolímero tiene una temperatura de transición vítrea (Tg) de más de 10°C está presente en una cantidad de aproximadamente el 0% en peso a aproximadamente el 50% en peso, o de aproximadamente el 0% en peso a aproximadamente el 30% en peso basándose en el peso de la mezcla de monómeros.

En una realización, la mezcla de monómeros puede incluir uno o más ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados. Los ejemplos incluyen, pero no se limitan a, ácidos monocarboxílicos monoetilénicamente insaturados tales como ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido etacrílico, ácido crotonico y acrilato de carboxietilo, ácidos dicarboxílicos monoetilénicamente insaturados tales como ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico y ácido citracónico, ácidos tricarboxílicos monoetilénicamente insaturados tales como ácido aconítico, y los derivados sustituidos con halógeno (por ejemplo, ácido alfacloracrilico) y anhídridos de estos ácidos (por ejemplo, anhídrido maleico y anhídrido citracónico).

La composición de PSA útil en la invención puede comprender de aproximadamente el 0,5 a aproximadamente el 7% en peso o de aproximadamente el 1 a aproximadamente el 3% en peso de ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados, basándose en el peso de la mezcla de monómeros.

En una realización, la composición de PSA útil en la invención puede incluir un agente de transferencia de cadena de alquil-mercaptano tal como un (alquil C₆-C₁₈)-mercaptano, por ejemplo n-hexil-mercaptano, n-octil-mercaptano y n-dodecil-mercaptano. Cuando se usa, la composición de PSA de la invención puede comprender de aproximadamente el 0,01 a aproximadamente el 0,5% en peso de agentes de transferencia de cadena de mercaptano, basándose en el peso de la mezcla de monómeros.

El procedimiento para preparar las dispersiones útiles en la invención puede usar una fase continua (habitualmente agua) y otros componentes convencionales y conocidos en la técnica tales como iniciadores, agentes reductores, tensioactivos, catalizadores, agentes humectantes, agentes de reticulación, conservantes y similares. Por ejemplo, puede usarse cualquier iniciador de la polimerización soluble en agua convencional adecuado para la polimerización en emulsión. El % en peso típico de dichos iniciadores es de desde el 0,01% hasta el 2,0% en peso y preferiblemente del 0,01 a aproximadamente el 1,0% en peso basándose en el peso total de monómeros. Los ejemplos de iniciadores incluyen, pero no se limitan a, persulfatos, peróxidos, compuestos de azo y las mezclas de los mismos. Los iniciadores solubles en agua pueden usarse solos o en combinación con uno o más agentes reductores convencionales tales como, pero sin limitarse a, formaldehido-sulfoxilato de sodio, metabisulfito de sodio, ácido ascórbico, sales ferrosas, sales de hierro queladas y similares.

Los sistemas de iniciadores de la polimerización solubles en agua son peróxidos usados en combinación con agentes reductores convencionales tales como sistemas basados en hidroperóxido de terc-butilo y formaldehido-sulfoxilato de sodio con un catalizador de complejo férrico quelado.

Los ejemplos de sistemas de tensioactivos adecuados son los conocidos en la técnica e incluyen emulsionantes aniónicos, no iónicos, catiónicos o anfóteros y mezclas de los mismos. Los ejemplos de tensioactivos aniónicos incluyen, pero no se limitan a, sulfatos de alquilo, sulfatos de alcoholes etoxilados, sulfonatos de arilo, fosfatos de alcoholes etoxilados, sulfosuccinatos, sulfatos y sulfonatos de alquilfenoles etoxilados, y mezclas de los mismos. Los ejemplos de tensioactivos no iónicos incluyen, pero no se limitan a, alcoholes etoxilados, alquilfenoles etoxilados y mezclas de los mismos. Los ejemplos de tensioactivos catiónicos incluyen, pero no se limitan a, aminas grasas etoxiladas. En una realización, se usa química de tensioactivos reactivos que tienen un doble enlace carbono-carbono reactivo. Los ejemplos de químicas reactivas incluyen, pero no se limitan a, etoxilatos de alquilfenol que contienen sustituyentes alqueno, compuestos de sal de sulfato de alquil éter de polioxialquilenol-1-(aliloximetilo), sales de poli(oxi-1,2-etanodilo), alfa-sulfo-omega-[1-(hidroximetil)-2-(2-propenilo)etoxilo] (serie Adeka SR, comercialmente disponible de Adeka Corporation) y mezclas o subconjuntos de los mismos. En una realización, el tensioactivo reactivo incluye un tensioactivo reactivo de la serie Adeka SR. El peso típico del tensioactivo es del 0,2 al 5,0% en peso y más preferiblemente del 1,0 al 5,0% en peso y lo más preferiblemente del 1,0 al 3,0% en peso. Los tensioactivos se usan mediante métodos convencionales que se conocen bien en la técnica. En una realización, el procedimiento para preparar el PSA incluye la emulsificación de la mezcla de monómeros con el sistema de tensioactivo antes de la reacción de polimerización.

Tras la polimerización, se ajusta el pH de la emulsión de látex con una base adecuada que incluye, pero no se limitan a, hidróxidos de metal, hidróxido de amonio, aminas y mezclas de los mismos. El pH se ajusta a al menos 6,0, y más preferiblemente de 6,5 a 9,5, y lo más preferiblemente de 7,0 a 9,0. En una realización, la base adecuada es hidróxido de amonio.

La emulsión de PSA útil en la invención tiene un contenido en sólidos típico de desde aproximadamente el 30 hasta el 70% y preferiblemente del 40 al 55%. La polimerización puede llevarse a cabo a temperaturas típicas para la polimerización en emulsión. La polimerización se lleva a cabo preferiblemente en el intervalo de 110°F (43,3°C) a 210°F (99°C) y más preferiblemente de 130°F (54°C) a 190°F (88°C).

Las composiciones de PSA útiles en la invención se hacen reaccionar con una cantidad eficaz de compuesto de polihidrazida que tiene al menos dos grupos funcionales hidrazida (NH-NH₂). Los ejemplos específicos de compuestos de polihidrazida incluyen, pero no se limitan a, dihidrazida de ácido oxálico, dihidrazida de ácido malónico, dihidrazida de ácido succínico, dihidrazida de ácido glutárico; dihidrazida de ácido adípico, dihidrazida de ácido sebáico; dihidrazida de ácido dicarboxílico insaturado de monoolefina tal como dihidrazida de ácido maleico, dihidrazida de ácido fumárico, dihidrazida de ácido itacónico; polihidrazida de ácido carbónico tal

como dihidrazida de ácido carbónico; dihidrazidas aromáticas tales como dihidrazida de ácido ftálico, dihidrazida de ácido tereftálico, dihidrazida de ácido isoftálico; trihidrazidas tales como 1,2,4-butanotricarbohidrazida, 1,1,4-butanotricarbohidrazida, 1,2,5-pentanotricarbohidrazida, 1,3,6-hexanotricarbohidrazida, 1,3,7-heptanotricarbohidrazida y 1-hidroxi-1,2,4-butanotricarbohidrazida y mezclas o cualquier subconjunto de las mismas. En una realización, la polihidrazida incluye dihidrazida adípica, dihidrazida isoftálica, dihidrazida sebáica, bis-semicarbizadas y mezclas de las mismas. En otra realización, la polihidrazida es dihidrazida de ácido adípico.

La cantidad eficaz del agente de reticulación de polihidrazida es de tal manera que la razón de funcionalidad hidrazina es de entre aproximadamente 0,02 y 5 o de aproximadamente 0,1 a 3 o de aproximadamente 0,5 a 2 equivalentes por 1 equivalente de la funcionalidad cetona o aldehído de los monómeros mono-olefinicamente insaturados que tienen funcionalidad cetona o aldehído. El compuesto de polihidrazida puede añadirse en cualquier punto en el procedimiento. En una realización, se añade después de la reacción de emulsión. En una realización, el agente de reticulación de polihidrazida es opcional.

Las composiciones de PSA están compuestas por material de cara de impresión en películas. Los ejemplos de materiales de cara de impresión en película adecuados incluyen, pero no se limitan a, materiales de cara de impresión olefinicos (por ejemplo polipropileno, polietileno, etc.), materiales de cara de impresión de poliestireno, materiales de cara de impresión de PET, poli(cloruro de vinilo) y mezclas de los mismos. Las construcciones de material de cara de impresión pueden contener múltiples caras. El material de cara de impresión también puede contener un recubrimiento de acabado, impresión y/o sobrelaminados.

En una realización, las composiciones de PSA útiles en la invención muestran normalmente valores de adhesión resistente al desprendimiento de menos de 4 lb/in (700 N/m), menos de 2 lb/in (350 N/m), menos de 1 lb/in (175 N/m) o entre 0,4 lb/in (70 N/m) y 4 lb/in (700 N/m) o entre 0,4 lb/in (70 N/m) y 2 lb/in (350 N/m). En las reivindicaciones 1 a 14, durante el reciclaje de envases poliméricos con etiquetas en película adheridas con las composiciones de PSA de la invención, el porcentaje de película (% de película) que queda en PET después de pruebas de flotación-decantación es del 0% al 8% o del 0% al 5% o del 0% al 3%.

En una realización, las composiciones de PSA de la invención están libres de aditivos tal como se describe en la publicación de patente estadounidense n.º 2010/0051200 dado que facilita el lavado cáustico del sustrato polimérico durante el procedimiento de reciclaje. En la técnica se conoce que el uso de tales aditivos puede conferir sensibilidad frente a la humedad a una composición de PSA.

Con el fin de proporcionar una mejor comprensión de la presente invención incluyendo ventajas representativas de la misma, se ofrecen los siguientes ejemplos.

Ejemplos

Ejemplo 1. En un reactor de vidrio de 2 l con camisa equipado con un condensador de reflujo, termopar y agitador de 4 paletas, se prepararon 1800,0 g de látex. Se cargaron en el reactor 410,7 g de agua, 5,6 g de tensioactivo Abex 2535 (disponible de Rhodia Solvay Group) y 0,0040 g de catalizador Dissolvine 4.5 (disponible de Akzo Nobel N.V.), se calentó hasta 140°F (60°C) y se agitó a desde 100 hasta 300 rpm. Se preparó la emulsión previa de monómero en un recipiente independiente mezclando 257,7 g de agua, 16,1 g de tensioactivo Adeka SR 3025 (disponible de Adeka Corporation), 2,4 g de tensioactivo Abex 2535, 8,05 g de agente humectante Surfynol 440 (disponible de Air Products and Chemicals, Inc.), 12,1 g de acrilato de betacarboxietilo, 8,1 g de ácido acrílico, 40,3 g de acrilato de butilo, 40,3 g de acrilato de etilo y 724,8 g de acrilato de 2-etilhexilo. Después de mezclarse y formarse la emulsión previa, se añadieron 32,8 g de emulsión previa al reactor. Y se añadieron 32,2 g adicionales de Adeka SR3025 a la emulsión previa. Se añadieron 24,2 g de agua con 0,4 g de hidroperóxido de terc-butilo y 24,2 g de agua con 0,2 g de formaldehído-sulfoxilato de sodio al reactor para crear una simiente en emulsión *in situ*. Tras formarse la simiente *in situ* indicado por una reacción exotérmica inicial, se alimentó la emulsión previa a lo largo de 180 minutos y se añadieron una alimentación de oxidante de 48,3 g de agua con 2,4 g de hidroperóxido de terc-butilo y una alimentación de reductor de 96,6 g de agua con 1,2 g de formaldehído-sulfoxilato de sodio a lo largo de 300 minutos. Se llevó a cabo la reacción a de 138°F (59°C) a 142°F (142°C). Después de 90 minutos de alimentarse la emulsión previa, se añadieron 24,2 g de una disolución de acrilamida de diacetona al 30% diluida en agua a la emulsión previa. Cuando se completaron las alimentaciones de oxidante y reductor, se enfrió el reactor hasta <110°F (43°C) y se añadieron 8,1 g de agua con 6,4 g de disolución acuosa de hidróxido de amonio al 28%. Se añadieron 4,0 g de agua con 1,6 g de conservante Acticide LA (disponible de Thor Specialties, Inc.) al reactor. Los ejemplos 2 a 10 se sintetizaron de la misma manera que el ejemplo 1 con los cambios en las composiciones expuestos en las tablas 1 y 2.

Tabla 1

Ejemplo	1 (invención)	2 (control)	3 (control)	4 (control)	5 (invención)
Acrilato de 2-etilhexilo	724,8	734,6	733,9	728,0	644,2
Metacrilato de metilo	0,0	0,0	0,0	0,0	80,5
Disolución de DAAM al 30%	24,2	0,0	0,0	0,0	24,2
n-Dodecil-mercaptano	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Metacrilato de alilo	0,0	0,0	1,6	0,0	0,0
Diacrilato de hexanodiol	0,0	0,0	0,0	16,2	0,0

Tabla 2

Ejemplo	6 (invención)	7 (invención)	8 (control)	9 (invención)	10 (control)
Acrilato de 2-etilhexilo	604,0	721,5	731,3	563,7	733,8
Metacrilato de metilo	120,8	0,0	0,0	161,1	0,0
Disolución de DAAM al 30%	24,2	24,2	0,0	24,2	0,0
n-Dodecil-mercaptano	0,0	0,0	0,0	0,0	0,8
Metacrilato de alilo	0,0	3,2	3,3	0,0	0,0
Diacrilato de hexanodiol	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Se ajustó el pH de cada ejemplo con hidróxido de amonio 26 Be a un pH de 8,3 a 8,5, y se añadió el 1,0% de agente humectante Surfynol 440. En los ejemplos de la invención (es decir, los ejemplos 1 5, 6, 7 y 9) se añadió una cantidad de equivalente estequiométrico de dihidrazida adipica a acrilamida de diacetona. Se recubrieron las muestras sobre papel recubierto con revestimiento desprendible de silicona a 10 g/m² y se secaron durante 1 minuto a 90°C. Después de eso, se laminaron las muestras a polipropileno orientado biaxial blanco con cavitaciones de 1,6 mil y se aclimataron a temperatura ambiente durante más de 24 horas. Se aplicaron las muestras a los sustratos y se envejecieron durante 1 hora a 50°C seguido por 1 hora de enfriamiento hasta temperatura ambiente antes de las pruebas.

Se sometieron a prueba los ejemplos según la prueba de laboratorio a escala pequeña tal como se describe en "APR Screening Plastic Label and Closure Floatability Test for PET Bottles" (véase www.plasticsrecycling.org). Sin embargo, el tamaño de fragmentos triturados se redujo desde 3/8 de pulgada hasta 1/4 de pulgada, lo cual se cree que representa de manera más precisa los copos encontrados en las plantas de reciclaje. Además, la temperatura de prueba se redujo hasta 85°C desde 88°C. Se sometió a prueba la adhesión resistente al desprendimiento según la norma del consejo de cintas sensibles a la presión PSTC 101 sobre sustrato de PET (designación de la ASTM, norma D3330, método de prueba para determinar la adhesión resistente al desprendimiento de cinta sensible a la presión). Los resultados se exponen en la tabla 3. Los datos en la tabla 3 se exponen en un diagrama de dispersión en la figura 1.

Tabla 3

Ejemplo	Adhesión resistente al desprendimiento, lb/in (N/m)	% de película que queda en PET después de flotación-decantación
Ejemplo 1, invención	0,532 (93)	1,0%
Ejemplo 2, control	0,609 (106)	24,5%
Ejemplo 3, control	0,484 (85)	8,5%
Ejemplo 4, control	0,777(136)	37,0%
Ejemplo 5, invención	0,697 (122)	1,0%
Ejemplo 6, invención	0,774 (135)	0,0%
Ejemplo 7, invención	0,38 (66)	0,0%
Ejemplo 8, control	0,365 (64)	1,0%
Ejemplo 9, invención	0,818 (143)	3,0%
Ejemplo 10, control	1,29 (226)	64,0%

Un laboratorio aprobado por la APR, Plastics Forming Enterprise (PFE) (véase www.plasticsforming.com), siguiendo el protocolo de APR, llevó a cabo una evaluación independiente en el procedimiento de reciclaje usando la composición de PSA del ejemplo 1 y placas recicladas de PET resultantes, en comparación con placas de PET sin etiqueta de control. Los resultados para la escala de color L*a*b* y la turbidez se exponen en la tabla 4 [L* (100 = blanco; 0 = negro) a* (positivo = rojo; negativo = verde; 0 = gris) b* (positivo = amarillo; negativo = azul; 0 = gris)]

Tabla 4

Ejemplo	Valores de L*	Valores de a*	Valores de b*	Promedio de L*	Promedio de a*	Promedio de b*	Turbidez	Promedio de turbidez
Ejemplo 1	87,71	-1,16	3,68	87,75	-1,15	3,58	2,67	2,56
	87,76	-1,17	3,82				2,65	
	87,74	-1,16	3,61				2,59	
	87,79	-1,12	3,34				2,42	
	87,77	-1,13	3,43				2,48	
PET de control	87,76	-1,23	3,74	87,78	-1,21	3,66	2,47	2,45
	87,85	-1,21	3,68				2,17	
	87,78	-1,21	3,63				2,57	
	87,83	-1,19	3,5				2,08	
	87,67	-1,22	3,76				2,96	

5 Basándose en los resultados anteriores, haciendo referencia a los ejemplos de la invención, la adición de química de acrilamida de diacetona al PSA permite la capacidad de reciclaje a valores de desprendimiento superiores, lo cual es deseable para sistemas de etiquetado diseñados para envases poliméricos. En cambio, haciendo referencia al ejemplo 7 de control, se necesita un nivel de desprendimiento por debajo de 0,40 lb/in para permitir un desprendimiento de etiqueta suficiente a partir del copo de PET durante el reciclaje.

REIVINDICACIONES

1. Uso de un material de cara de impresión en película para envases poliméricos que comprende:

5 una composición de adhesivo sensible a la presión que comprende una mezcla de monómeros, en el que la mezcla de monómeros comprende

(a) al menos un monómero que puede someterse a polimerización por radicales libres y cuyo homopolímero tiene una temperatura de transición vítrea de menos de o igual a 10°C que comprende al menos un éster de ácido (met)acrílico, seleccionado del grupo que consiste en acrilato de bencilo, acrilato de n-butilo, acrilato de sec-butilo, acrilato de cianoetilo, acrilato de iso-decilo, acrilato de n-decilo, acrilato de dodecilo, metacrilato de dodecilo, acrilato de 2-etoxietilo, acrilato de etilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de 2-etilhexilo, acrilato de n-hexilo, metacrilato de hexilo, acrilato de isobutilo, acrilato de isopropilo, acrilato de 2-metoxietilo, acrilato de metilo, metacrilato de octadecilo, metacrilato de octilo, acrilato de 2-feniletilo, acrilato de n-propilo y acrilato de 2,2,2-trifluoroetilo y combinaciones de los mismos,

(b) al menos un monómero mono-olefínicamente insaturado que tiene funcionalidad aldehído o cetona, y

(c) una cantidad eficaz de al menos un agente de reticulación de polihidrazida que tiene funcionalidad hidrazina;

20 en el que la composición de adhesivo sensible a la presión muestra un valor de adhesión resistente al desprendimiento de entre 70 N/m (0,4 lb/in) y 700 N/m (4 lb/in) medido según la designación de la ASTM, norma D3330, método de prueba para determinar la adhesión resistente al desprendimiento de cinta sensible a la presión;

25 para lograr durante el reciclaje un porcentaje de película que queda en los envases poliméricos después de una prueba de flotación-decantación del 0% al 8% sometido a prueba tal como se describe en la descripción.

30 2. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 1, en el que el al menos un éster de ácido acrílico o éster de ácido de (met)acrilato se selecciona del grupo que consiste en acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de n-butilo y combinaciones de los mismos.

35 3. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 1, en el que el al menos un monómero mono-olefínicamente insaturado que tiene una funcionalidad aldehído o cetona se selecciona del grupo que consiste en acroleína, metacroleína, vinilbenzaldehído, crotonaldehído, (met)acriloxialquilpropanales, acrilamida de diacetona, acrilato de diacetona y combinaciones de los mismos, y el al menos un al menos un monómero mono-olefínicamente insaturado que tiene una funcionalidad aldehído o cetona se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en acrilamida de diacetona, acrilato de diacetona, acroleína y combinaciones de los mismos.

40 4. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 1, en el que la mezcla de monómeros comprende: del 50% en peso al 95% en peso del al menos un monómero que puede someterse a polimerización por radicales libres y cuyo homopolímero tiene una temperatura de transición vítrea de menos de o igual a 10°C, y >0,1% en peso del al menos un monómero mono-olefínicamente insaturado que tiene un grupo aldehído o cetona, en el que el % en peso se basa en el peso de la mezcla de monómeros.

5. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 1, en el que la mezcla de monómeros comprende además uno o más ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados.

50 6. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 1, en el que la mezcla de monómeros comprende además o al menos un monómero que puede someterse a polimerización por radicales libres y cuyo homopolímero tiene una temperatura de transición vítrea de más de 10°C.

55 7. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 1, en el que la cantidad eficaz del agente de reticulación de polihidrazida es de tal manera que la razón de la funcionalidad hidrazina es de entre 0,02 y 5 equivalentes por 1 equivalente de la funcionalidad aldehído o cetona.

60 8. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 1, en el que la polihidrazida se selecciona del grupo que consiste en dihidrazida de ácido oxálico, dihidrazida de ácido malónico, dihidrazida de ácido succínico, dihidrazida de ácido glutárico; dihidrazida de ácido adípico, dihidrazida de ácido sebácico; dihidrazida de ácido dicarboxílico insaturado de monoolefina tal como dihidrazida de ácido maleico, dihidrazida de ácido fumárico, dihidrazida de ácido itacónico; dihidrazida de ácido carbónico; dihidrazidas aromáticas tales como dihidrazida de ácido ftálico, dihidrazida de ácido tereftálico, dihidrazida de ácido isoftálico; trihidrazidas tales como 1,2,4-butanotricarbohidrazida, 1,1,4-butanotricarbohidrazida, 1,2,5-pentanotricarbohidrazida, 1,3,6-hexanotricarbohidrazida, 1,3,7-heptanotricarbohidrazida y 1-hidroxi-1,2,4-butanotricarbohidrazida y combinaciones de las mismas, y preferiblemente seleccionada del grupo que consiste en dihidrazida adípica,

dihidrazida isoftálica, dihidrazida sebáica, bis-semicarbizadas y combinaciones de las mismas.

5 9. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 1, en el que los envases poliméricos comprenden poli(tereftalato de etileno), polietileno de alta densidad, poli(cloruro de vinilo), polipropileno o combinaciones de los mismos.

10 10. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 1, en el que el material de cara de impresión en película comprende un material de cara de impresión olefínico, un material de cara de impresión de poliestireno, un material de cara de impresión de poli(tereftalato de etileno), un poli(cloruro de vinilo) o combinaciones de los mismos.

15 11. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 1, en el que la composición de adhesivo sensible a la presión comprende además un tensioactivo con un doble enlace carbono-carbono reactivo, preferiblemente seleccionado del grupo que consiste en etoxilatos de alquilfenol que contienen sustituyentes alqueno, compuestos de sal de sulfato de alquil éter de polioxialqueno-1-(aliloximetilo), sales de poli(oxi-1,2-etanodiilo), alfa-sulfo-omega-[1-(hidroximetil)-2-(2-propeniloxi)etoxilo] y combinaciones de los mismos.

20 12. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 1, en el que el material de cara de impresión es un material de cara de impresión olefínico.

25 13. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 4, en el que la composición de adhesivo sensible a la presión comprende además un tensioactivo con un doble enlace carbono-carbono reactivo;

en el que la cantidad eficaz del agente de reticulación de polihidrazida es de tal manera que la razón de la funcionalidad hidrazina es de entre 0,02 y 5 equivalentes por 1 equivalente de la funcionalidad aldehído o cetona.

30 14. Uso de un material de cara de impresión en película según la reivindicación 13, en el que el tensioactivo con un doble enlace carbono-carbono reactivo se selecciona del grupo que consiste en etoxilatos de alquilfenol que contienen sustituyentes alqueno, compuestos de sal de sulfato de alquil éter de polioxialqueno-1-(aliloximetilo), sales de poli(oxi-1,2-etanodiilo), alfa-sulfo-omega-[1-(hidroximetil)-2-(2-propeniloxi)etoxilo] y combinaciones de los mismos.

