

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 965 338**

51 Int. Cl.:

C08L 23/08 (2006.01)

C08F 210/02 (2006.01)

C09D 123/08 (2006.01)

C09J 123/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.01.2020** **E 20152754 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.08.2023** **EP 3686241**

54 Título: **Copolímero de etileno-ácido (met)acrílico y composición dispersable en agua que incluye el mismo**

30 Prioridad:

25.01.2019 US 201916257818

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

12.04.2024

73 Titular/es:

**SK INNOVATION CO., LTD. (33.3%)
(Seorin-dong), 26, Jong-ro, Jongno-gu
Seoul 03188, KR;
SK GEO CENTRIC CO., LTD. (33.3%) y
SK GC AMERICAS INC. (33.3%)**

72 Inventor/es:

**ZHENG, YONG;
PARK, DOH YEON;
JASEK, MARK;
KIM, SUK JOON;
SHIN, HAI JIN;
JUNG, JU EUN;
JO, BYOUNG CHEON;
BALHOFF, CHRISTOPHER y
KA, DU YOUN**

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 965 338 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

Copolímero de etileno-ácido (met)acrílico y composición dispersable en agua que incluye el mismo

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la invención

- 5 [0001] La presente invención se refiere a un copolímero de etileno-ácido (met)acrílico y a una composición dispersable en agua que incluye el mismo.

Descripción de la técnica relacionada

- 10 [0002] Un copolímero de etileno-ácido acrílico puede prepararse, por ejemplo, como un líquido dispersable en agua para ser utilizado en la formación de una capa de revestimiento o una capa de unión. Por ejemplo, la composición dispersable en agua puede recubrirse sobre una superficie de una película polimérica, papel, una lámina de metal, un producto textil, y después calentarse para formar una capa de soldadura o una capa de unión.

- 15 [0003] Una solución dispersable que incluye el copolímero de etileno-ácido acrílico también puede utilizarse para implementar el sellado de una bolsa de vinilo o una bolsa de lámina de metal. En este caso, la solución dispersable puede recubrirse parcialmente sobre un objeto, y después puede realizarse un proceso de prensado junto con calentamiento.

[0004] Si se aumenta excesivamente la temperatura de calentamiento durante el proceso de sellado para iniciar el sellado, puede dañarse el objeto. Además, si la viscosidad de la solución dispersable es excesivamente alta, la humectabilidad de la solución puede degradarse y puede que no se obtenga una capa de sellado uniforme.

- 20 [0005] Adicionalmente, si los contenidos no dispersables generados a partir del copolímero de etileno-ácido acrílico aumentan en la solución dispersable, puede reducirse la fuerza adhesiva o fuerza de la unión, y puede aumentarse la cantidad requerida de la solución dispersable en la formación de la capa de sellado.

[0006] Por tanto, se requieren las propiedades adecuadas del copolímero de etileno-ácido acrílico para implementar un proceso de sellado fiable a bajas temperaturas de los aspectos que se han descrito anteriormente.

- 25 [0007] Por ejemplo, las Publicaciones de Patente Internacional WO2005/085331 y WO2017/050589 desvelan una formación de una capa de revestimiento de sellado por calor que utiliza una solución dispersable de polímero acuoso.

SUMARIO DE LA INVENCION

[0008] Según un aspecto de la presente invención, se proporciona un copolímero de etileno-ácido (met)acrílico que tiene propiedades adhesivas por calor y fiabilidad del proceso mejoradas, y un método de producción del mismo.

- 30 [0009] Según un aspecto de la presente invención, se proporciona una composición dispersable en agua que incluye un copolímero de etileno-ácido (met)acrílico que tiene propiedades adhesivas por calor y fiabilidad del proceso mejoradas.

[0010] Según realizaciones ejemplares, un copolímero de etileno-ácido (met)acrílico tiene un índice de polidispersidad (PDI) en un intervalo de 3,5 a 8,0, y tiene un índice de flujo de fusión (MFI) medido a 190 °C y 2,16 kg en un intervalo de 350 g/10 min a 1800 g/10 min.

- 35 [0011] En algunas realizaciones, un contenido de ácido (met)acrílico puede ser del 15 al 30 % en peso, y un contenido de etileno puede ser del 70 al 85 % en peso en el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico.

[0012] En algunas realizaciones, un punto de fusión del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo de 50 °C a 95 °C.

- 40 [0013] En algunas realizaciones, el peso molecular promedio en peso (Pm) del copolímero de etileno y ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo de 10.000 a 60.000.

[0014] En algunas realizaciones, una proporción de a peso molecular promedio z (Pz) medido por medio de una cromatografía de permeación en gel (GPC) con respecto a un peso molecular promedio en peso (Pm) medido por medio de una GPC puede estar en un intervalo de 2,5 a 5.

- 45 [0015] En algunas realizaciones, una proporción de a peso molecular promedio z (Pz) medido por medio de una cromatografía de permeación en gel (GPC)-detector de dispersión de luz (LS) con respecto a un peso molecular promedio en peso (Pm) medido por medio de una GPC-detector LS puede estar en un intervalo de 4 a 12.

[0016] En algunas realizaciones, el PDI del copolímero puede ser de 3,8 a 6,0, y el MFI del copolímero puede estar en un intervalo de 1.000 g/10 min a 1.500 g/10 min.

[0017] Según realizaciones ejemplares, una composición dispersable en agua incluye un copolímero de etileno-ácido (met)acrílico que tiene un índice de polidispersidad (PDI) en un intervalo de 3,5 a 8,0, y que tiene un índice de flujo de fusión (MFI) medido a 190 °C y 2,16 kg en un intervalo de 350 g/10 min a 1800 g/10 min, un agente de neutralización y un medio acuoso.

5 [0018] En algunas realizaciones, el contenido sólido de la composición puede estar en un intervalo del 20 % al 50 %.

[0019] En algunas realizaciones, el contenido sólido de la composición puede estar en un intervalo del 30% al 40%.

[0020] En algunas realizaciones, la viscosidad de la composición a 25 °C puede estar en un intervalo de 100 cps a 10.000 cps.

10 [0021] En algunas realizaciones, la viscosidad de la composición a 25 °C puede estar en un intervalo de 100 cps a 2.500 cps.

[0022] En algunas realizaciones, el grado de neutralización de grupos ácidos incluidos en el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo del 25 % al 50 %.

[0023] En algunas realizaciones, el agente de neutralización puede incluir al menos uno de NH₄OH, una amina orgánica, KOH, NaOH, CsOH o LiOH.

15 [0024] En algunas realizaciones, la composición puede incluir además al menos un polímero a base de poliolefina.

[0025] Según realizaciones ejemplares que se han descrito anteriormente, el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede tener distribución del peso molecular promedio relativamente amplia y un MFI alto. En consecuencia, el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede tener un bajo punto de fusión y baja temperatura de inicio del sellado (SIT).

20 [0026] Por tanto, una capa de unión o una capa de sellado puede formarse fácilmente a baja temperatura y pueden evitarse los daños térmicos de un objeto.

[0027] Además, pueden suprimirse el aumento de viscosidad y la generación de componentes no dispersables para facilitar un proceso térmico, de modo que se mejoran la fiabilidad y la uniformidad de la unión.

BREVE DESCRIPCIÓN DEL DIBUJO

25 [0028] La Figura 1 es un gráfico que muestra un cambio de la fuerza de unión térmica dependiendo de la temperatura en composiciones dispersables en agua de los Ejemplos 1 y 2, y el Ejemplo Comparativo 1.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

<Copolímero de etileno-ácido (met)acrílico>

30 [0029] Un copolímero de etileno-ácido (met)acrílico (EAA) de acuerdo con realizaciones ejemplares puede prepararse por medio de una copolimerización utilizando etileno y ácido (met)acrílico como monómeros. El término "ácido (met)acrílico" se utiliza para indicar tanto ácido acrílico como ácido metacrílico, o derivados (por ejemplo, (met)acrilato) del mismo.

[0030] En realizaciones ejemplares, el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede tener una distribución del peso molecular promedio relativamente amplia y un alto valor del índice de flujo de fusión (MFI).

35 [0031] En realizaciones ejemplares, un índice de polidispersidad (PDI) calculado por medio de la medición del peso molecular absoluto del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo de 3,5 a 8,0.

40 [0032] Si el PDI del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico es menor de 3,5, es posible que una temperatura de inicio del sellado no se reduzca lo suficiente mientras se suprime un aumento de la viscosidad. Si el PDI del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico excede 8,0, puede degradarse excesivamente la uniformidad de la distribución del peso molecular puede degradarse excesivamente para provocar una gran cantidad de componentes no dispersables.

[0033] En una realización preferible, el PDI del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo de 3,8 a 6,0.

[0034] En realizaciones ejemplares, un índice de flujo de fusión (MFI) del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo de 350 g/10 min a 1800 g/10 min a 190 °C y 2,16 kg.

45 [0035] El índice de flujo de fusión puede indicar la fluidez de un polímero a alta temperatura. En realizaciones ejemplares, el MFI del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede controlarse para que sea 350 g/10 min o más para que pueda conseguirse una propiedad de soldadura o recubrimiento rápido incluso a una baja temperatura en un proceso de sellado. Además, puede formarse una capa de revestimiento uniforme debido a un aumento de la

propiedad de fusión o fluidez, y puede implementarse una unión térmica estable.

[0036] Si el MFI del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico se hace excesivamente alto, puede reducirse la resistencia al calor o la resistencia mecánica de una capa de sellado o una capa de unión. Por tanto, de acuerdo con realizaciones ejemplares, el MFI del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede controlarse para que sea 1800 g/10 min o menos. Si el MFI del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico excede 1800 g/10 min, la fluidez puede hacerse excesivamente alta y el copolímero no puede prepararse con facilidad en forma de un producto, tal como un pellet.

[0037] En una realización preferible, el MFI del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo de 1000 g/10 min a 1500 g/10 min.

[0038] En realizaciones ejemplares, la cantidad de ácido (met)acrílico (por ejemplo, unidades o bloques derivados de un ácido (met)acrílico) basada en el peso total del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo del 15 por ciento en peso (%p) al 30 %p. En este caso, la cantidad de etileno (por ejemplo, unidades o bloques derivados de etileno) puede estar en un intervalo del 70 %p al 85 %p. En una realización preferible, la cantidad de ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo del 17 %p al 28 %p y la cantidad de etileno puede estar en un intervalo del 72 %p al 83 %p. Más preferiblemente, la cantidad de ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo del 19 %p al 26 %p y la cantidad de etileno puede estar en un intervalo del 74 %p al 81 %p.

[0039] Si la cantidad de ácido (met)acrílico es relativamente baja, puede comprometerse la dispersabilidad en agua del material. Si la cantidad de ácido (met)acrílico se hace mayor, puede deteriorarse la eficiencia de producción debido, por ejemplo, a una generación de ácido poliacrílico y una corrosión excesiva para los equipos de fabricación. Por tanto, la cantidad de ácido (met)acrílico puede controlarse dentro del intervalo que se ha descrito anteriormente de modo que pueda mejorarse la fuerza de unión de la capa de revestimiento o la capa de sellado, que incluye el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico.

[0040] En realizaciones ejemplares, un punto de fusión (T_m) del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo de 50 °C a 95 °C. En consecuencia, un proceso de soldadura o unión térmica puede realizarse a una baja temperatura inferior a 95 °C.

[0041] Preferiblemente, el punto de fusión del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo de 60 °C a 90 °C, más preferiblemente de 70 °C a 80 °C.

[0042] En realizaciones ejemplares, un peso molecular promedio en peso del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo de 10.000 a 60.000 dentro del intervalo de PDI mencionado anteriormente. En una realización preferible, el peso molecular promedio en peso del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo de 10.000 a 40.000, más preferiblemente de 12.000 a 30.000.

[0043] En algunas realizaciones, una proporción (P_z/P_m) de un peso molecular promedio z (P_z) y el peso molecular promedio en peso (P_m) que se miden por medio de un método relativo puede estar en un intervalo de 2,5 a 5. Por ejemplo, la proporción (P_z/P_m) del peso molecular promedio z (P_z) y el peso molecular promedio en peso (P_m) que se miden por medio de una cromatografía de permeación en gel (GPC) puede estar en un intervalo de 2,5 a 5.

[0044] Preferiblemente, la proporción (P_z/P_m) del peso molecular promedio z (P_z) y el peso molecular promedio en peso (P_m) que se miden por medio de la cromatografía de permeación en gel (GPC) puede estar en un intervalo de 2,5 a 3,5.

[0045] En algunas realizaciones, una proporción de un peso molecular promedio z (P_z) medido por medio de un método absoluto con respecto al peso molecular promedio en peso (P_m) medido por medio del método absoluto puede estar en un intervalo de 4 a 12, preferiblemente de 6 a 10. Por ejemplo, el método absoluto puede realizarse utilizando una cromatografía de permeación en gel (GPC)-detector de dispersión de luz (LS).

[0046] Dentro de los intervalos mencionados anteriormente relativo a una distribución del peso molecular, el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede tener una distribución del peso molecular más amplia, por lo que puede realizarse de un modo eficaz la reducción de la viscosidad y la temperatura de inicio del sellado.

[0047] Según realizaciones ejemplares de la presente invención, se proporciona un método de producción del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico. En realizaciones ejemplares, el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede obtenerse mediante un proceso continuo utilizando un reactor de tanque de agitado continuo (CSTR).

[0048] Por ejemplo, pueden inyectarse etileno y ácido (met)acrílico en el CSTR junto con un iniciador. El iniciador puede incluir un iniciador de radicales libres, tal como un peróxido orgánico, un compuesto a base de azo o similares.

[0049] En algunas realizaciones, también puede inyectarse un agente de transferencia de cadena (CTA) en el reactor. El CTA puede utilizarse para terminar una propagación de la cadena de polímero y controlar una distribución final del peso molecular. Por ejemplo, puede terminarse una polimerización de una cadena de propagación mediante el CTA y puede iniciarse una polimerización de una nueva cadena. El MFI del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede

controlarse fácilmente mediante el CTA.

[0050] El CTA puede incluir, por ejemplo, un compuesto a base de hidrocarburo, tal como pentano, hexano, ciclohexano, isobutano, etc.; un compuesto a base de cetona, tal como acetona, dietil cetona, etc.; un compuesto a base de alcohol, tal como metanol, etanol, etc.

5 [0051] En algunas realizaciones, el CTA puede utilizarse como un disolvente que transfiere etileno o ácido (met)acrílico. Una cantidad del CTA puede estar en un intervalo del 2 % en volumen (vol) al 4 %vol en función del volumen total de los componentes inyectados en el reactor. Dentro de este intervalo, puede conseguirse fácilmente una distribución suficientemente amplia del peso molecular mientras se mantiene el intervalo del MFI.

10 [0052] En realizaciones ejemplares, la presión en el reactor puede estar en un intervalo de 20.000 psi a 30.000 psi. Una temperatura en el reactor puede estar en un intervalo de 200 °C a 260 °C. Dentro de estos intervalos, pueden conseguirse fácilmente la amplia distribución del peso molecular y un MFI alto como se ha descrito anteriormente.

[0053] Un polímero obtenido del reactor puede procesarse para dar un producto como, por ejemplo, un pellet.

<Composición dispersable en agua>

15 [0054] Según realizaciones ejemplares, se proporciona una composición dispersable en agua que incluye el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico. La composición dispersable en agua puede incluir el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico, un agente de neutralización y un medio de dispersión acuoso.

20 [0055] Como se ha descrito anteriormente, el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede tener un PDI que varía de 3,5 a 8, y un MFI que varía de 350 g/10 min a 1800 g/10 min a 190 °C y 2,16 kg. Por ejemplo, la cantidad del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico puede estar en un intervalo del 5 %p al 60 %p en función del peso total de la composición dispersable en agua.

[0056] El agente de neutralización puede mezclarse con el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico, por lo que la composición dispersable en agua puede prepararse como un fluido viscoso estable.

25 [0057] Puede utilizarse un compuesto alcalino como el agente de neutralización. En una realización preferible, el agente de neutralización puede incluir un compuesto alcalino de base orgánica, tal como hidróxido de amonio o un compuesto con base de amina. Como alternativa, el agente de neutralización puede incluir un compuesto alcalino inorgánico, tal como KOH, NaOH, CsOH o similares. Estos pueden utilizarse solos o en una combinación de los mismos.

30 [0058] A medida que el grado de neutralización del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico se hace mayor, puede aumentarse la dispersabilidad de la composición dispersable en agua y puede reducirse la cantidad de componentes no dispersables. Sin embargo, a medida que el grado de neutralización del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico se hace mayor, la viscosidad de la composición dispersable en agua puede aumentarse hasta degradar las propiedades de recubrimiento y unión.

35 [0059] Sin embargo, de acuerdo con realizaciones ejemplares, puede utilizarse el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico de esta invención que tiene la distribución relativamente grande del peso molecular y el índice de flujo de fusión. Por tanto, puede conseguirse un grado suficiente de neutralización a la vez que se previene un aumento excesivo de la viscosidad.

[0060] El término "grado de neutralización" utilizado en el presente documento puede indicar una proporción de grupos ácidos (grupos carboxílicos) reaccionados o neutralizados por el agente de neutralización entre los grupos ácidos totales incluidos en el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico.

40 [0061] En algunas realizaciones, el grado de neutralización de la composición dispersable en agua puede estar en un intervalo del 25 % al 50 %. Si el grado de neutralización es menor del 25 %, puede que no se obtenga suficiente dispersabilidad y uniformidad de recubrimiento. Si el grado de neutralización excede el 50 %, la viscosidad de la composición puede aumentarse excesivamente.

45 [0062] Preferiblemente, el grado de neutralización de la composición dispersable en agua puede estar en un intervalo del 25 % al 40 %. Dentro de este intervalo, puede suprimirse el aumento de la viscosidad y puede mejorarse la uniformidad del recubrimiento.

[0063] En realizaciones ejemplares, la viscosidad de la composición dispersable en agua medido a 25 °C puede estar en un intervalo de 100 cps a 10.000 cps. Preferiblemente, la viscosidad de la composición dispersable en agua medida a 25 °C puede estar en un intervalo de 100 cps a 2500 cps.

50 [0064] Como se ha descrito anteriormente, el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico que tiene que tiene altas propiedades dispersivas y de flujo de fusión puede utilizarse de modo que pueda obtenerse la composición dispersable en agua capaz de formar la capa de unión o capa de sellado uniforme a baja temperatura.

[0065] En realizaciones ejemplares, una temperatura de inicio del sellado (SIT) de la composición dispersable en agua puede ser de 125 °C o menos, preferiblemente de 120 °C o menos. La SIT puede indicar una temperatura mínima a la cual se mantiene una resistencia de unión predeterminada en una prueba de desprendimiento. En realizaciones ejemplares, la SIT puede ser una temperatura mínima a la cual se mantiene 300 gf/25 mm de la resistencia de unión en una prueba de desprendimiento a 100 mm/min y 180°.

[0066] En algunas realizaciones, la composición dispersable en agua puede incluir un polímero adicional o resina sin características degradantes del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico, que incluye propiedades de baja temperatura de unión, alta dispersión y baja viscosidad.

[0067] Por ejemplo, puede añadirse una resina a base de poliolefina, tal como polietileno, polipropileno, etc., sin deteriorar el valor de ácido y la viscosidad del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico.

[0068] En una realización, el contenido de sólidos en función del peso total de la composición dispersable en agua puede estar en un intervalo del 20 % al 50 %, preferiblemente del 30 % al 40 %. Dentro de este intervalo, los componentes volátiles puede retirarse fácilmente a baja temperatura de la capa de unión o la capa de sellado.

[0069] La composición dispersable en agua puede utilizarse como un sellador de una película de envasado, que incluye, por ejemplo, polietileno, polipropileno, polimetilmetacrilato, tereftalato de polietileno, papel de aluminio, etc. Por ejemplo, la composición dispersable en agua puede recubrirse sobre una superficie selladora de la película de envasado, y después presionarse térmicamente para formar fácilmente la capa de sellado o la capa de unión.

[0070] Como se ha descrito anteriormente, el copolímero de etileno-ácido (met)acrílico o la composición dispersable en agua puede tener la SIT de 120 °C o menos, por lo que el proceso de sellado puede realizarse fácilmente sin daños a la película a alta temperatura.

[0071] La composición dispersable en agua puede recubrirse sobre diversos objetos, tales como papel, una película de resina, una lámina de metal, etc., para formar una estructura de aislamiento, tal como una capa adhesiva, una capa antiestática, una capa de encapsulación, etc.

[0072] La composición dispersable en agua puede incluir además un aditivo sin degradar, por ejemplo, las propiedades dispersivas o térmicas del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico. Por ejemplo, el aditivo puede incluir un agente antiestático, un tensionactivo, una partícula inorgánica, un agente antibloqueo o una combinación de los mismos.

[0073] En lo sucesivo en el presente documento, se proponen realizaciones preferidas para describir más concretamente la presente invención. Sin embargo, los siguientes ejemplos se dan únicamente para ilustrar la presente invención y los expertos en la técnica relacionada comprenderán obviamente que son posibles diversas alteraciones y modificaciones dentro del alcance y espíritu de la presente invención. Dichas alteraciones y modificaciones quedan debidamente incluidas en las reivindicaciones adjuntas.

Ejemplos y Ejemplos Comparativos

Ejemplo 1

(1) Preparación de copolímero de etileno-ácido (met)acrílico

[0074] Se inyectaron continuamente etileno y ácido acrílico (AA) como monómeros, peroctoato de t-butilo como iniciador e isobutano como agente de transferencia de cadena en un reactor de tanque de agitado continuo (CSTR) con una relación de entrada constante para preparar un copolímero de etileno-ácido acrílico. Específicamente, una proporción en peso de AA en el copolímero se controló para que fuera del 20%p y la eficiencia del iniciador (es decir, la cantidad del iniciador para producir 1 kg del copolímero) fue 1 g. Una proporción en volumen del agente de transferencia de cadena en función del volumen total de los componentes fue del 4,1 %vol.

[0075] La presión del reactor fue de 27.000 psi y la temperatura en el reactor fue de 240 °C. La temperatura del gas de entrada al reactor fue de 75 °C.

[0076] El producto de copolímero se separó y se formuló como un pellet a través de una extrusora.

(2) Propiedades de medición de copolímero de etileno-ácido (met)acrílico

1) Medición de los peso moleculares de copolímero (Pm, Pn, Pz, Pz/Pm relativo, Pz/Pm absoluto)

[0077] Antes de las mediciones de GPC, los grupos de ácido carboxílico del producto de copolímero se convirtieron en los ésteres para no ser absorbidos sobre la superficie de los materiales de relleno envasados en las columnas de GPC. La conversión se realizó según un método conocido. (véase YOSHIYUKI IWASE, J. POLYM. SCI. PARTE A: POLYM. CHEM.: VOL. 29, 585-589 (1991)). Se disolvieron 2-5 mg de la muestra en una solución de elusión de 1,2,4-triclorobenceno 1 M que contenía 200 ppm de hidroxitolueno butilado (BHT). La muestra se preparó mediante agitación con un dispositivo de pretratamiento (Agilent PL-SP 260 VS Sample Preparation System) a 150 °C durante 4 horas.

[0078] Se inyectaron 200 µl de la muestra disuelta en un sistema GPC (temperatura: 160 °C, caudal de GPC: 1 ml/min) en el que se conectaron tres columnas (Modelo N.º: PLgel Olexis 7,5 X 300 mm, 13 µm, fabricadas por Agilent) y una columna de protección (Modelo N.º: PLgel Olexis 7,5 X 50 mm, 13 µm, fabricada por Agilent).

5 [0079] Los pesos moleculares relativos Pn, Pm y Pz se midieron utilizando un sistema de GPC conectado a un detector de índice de refracción (PL-GPC220, Agilent) y utilizando un patrón de poliestireno.

[0080] Los pesos moleculares absolutos Pm(abs), Pn(abs) y Pz (abs) se midieron por medio de una GPC de detector múltiple conectada a un detector de dispersión de luz de doble ángulo, (Modelo N.º: PD2040).

10 [0081] Las señales de datos de pesos moleculares de Data Stream (Modelo N.º: Agilent PL-DataStream) se trataron utilizando un software TMAgilent GPC/SEC (pesos moleculares relativos) y un software CirrusTM MultiDetector (pesos moleculares absolutos).

2) Medición del índice de flujo de fusión (MFI)

[0082] Un MFI se midió basándose en un ASTM D1238 en una condición de 125 °C y 2,16 kg. Un MFI en una condición de 190 °C y 2,16 kg se calculó utilizando una correlación de 20 veces con respecto al valor medido basándose en ASTM D1238 (125 °C y 2,16 kg).

15 3) Medición de contenido de ácido acrílico (%AA)

[0083] Un contenido de ácido acrílico (%AA) en el copolímero de EAA se midió utilizando una espectroscopía de infrarrojos mediante transformada de Fourier. Se utilizó sulfato de triglicina deuterada como grupo de detección y se obtuvieron valores específicos del software ResolutionProTM (Agilent).

20 [0084] Específicamente, se presionaron 120 mg de muestra del copolímero de EAA en forma de pellet en una prensa caliente de tipo hidráulico (130 °C) durante 30 segundos para preparar una hoja de 50 µm. Se midió un espectro de fondo, y después se fijó la hoja en mitad de un portapelículas a través del cual pasa un haz IR. Se realizaron mediciones mediante un modo transmisivo y 32 exploraciones de número repetido.

25 [0085] También se prepararon 3 muestras estándar como se ha descrito anteriormente, cuyos contenidos de ácido acrílico eran conocidos, y se obtuvo una ecuación de calibración de primer orden de un valor integral de máximo de C-O con respecto al contenido de ácido acrílico. Se sustituyó un valor integral de máximo de C-O de la muestra en la ecuación de calibración para obtener un contenido de ácido acrílico (%).

4) Medición del punto de fusión (Tm)

[0086] Un punto de fusión se midió utilizando un calorímetro de exploración diferencial (Q20 fabricado por TA).

30 [0087] Específicamente, se puso una muestra de 10 mg del copolímero de EAA en forma de pellet en un crisol de aluminio que se cubrió con una tapa con orificios.

35 [0088] Se introdujo nitrógeno como gas de purga a un caudal de 50 ml/min. La temperatura se aumentó a una tasa de 10 °C/min dentro de un intervalo de -50 °C a 180 °C (un primer periodo de aumento de temperatura) y se mantuvo a 180 °C durante 1 minuto. La muestra se cristalizó enfriando de 180 °C a -50 °C a una tasa de 10 °C/min. En un segundo periodo de aumento de temperatura, la temperatura se cambió de -50 °C a 180 °C a una tasa de 10 °C/min. Se midió la temperatura de un pico de fusión en el segundo periodo de aumento de temperatura.

(3) Preparación de composición dispersable en agua

[0089] Se cargaron 151 g de agua en un recipiente de vidrio de doble camisa de 500 ml. Se introdujeron 102 g del copolímero de EAA y se introdujeron 46,6 g de KOH al 10 %p como agente de neutralización con agitación. El recipiente se cerró y se calentó a 90 °C mientras se agitaba continuamente.

40 [0090] Después de 1 hora, el recipiente se enfrió a 60 °C y los componentes no dispersables se filtraron y se eliminaron.

Ejemplo 2

[0091] Se preparó una composición dispersable en agua por el mismo procedimiento del Ejemplo 1, excepto porque la cantidad del agente de transferencia de cadena fue del 3,9 %vol.

Ejemplo Comparativo 1

45 [0092] Se utilizó un producto de pellet de copolímero de EAA que tenía propiedades de distribución molecular y MFI como se muestran en la Tabla 1 posterior, y se preparó una composición dispersable en agua por el mismo procedimiento que el del Ejemplo 1.

Ejemplo Comparativo 2

[0093] Se utilizó un producto de pellet de copolímero de EAA que tenía propiedades de distribución molecular como se muestran en la Tabla 1 posterior, y se preparó una composición dispersable en agua de la siguiente manera. Se cargaron 190 g de agua en un recipiente de vidrio de doble camisa de 500 ml. Se introdujeron 75 g del copolímero de EAA y se introdujeron 35,7 g de KOH al 30 %p como agente de neutralización con agitación. El recipiente se cerró y se calentó a 90 °C mientras se agitaba continuamente.

[0094] Después de 1 hora, el recipiente se enfrió a 60 °C y los componentes no dispersables se filtraron y se eliminaron.

[0095] Las propiedades de los copolímeros incluidos en la composición dispersable en agua de los Ejemplos y Ejemplos Comparativos se muestran en la Tabla 1 siguiente.

[Tabla 1]

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo Comparativo 2
Contenido de ácido (%AA)	20	20	20	20
Pm (relativo)	12000	22000	18000	32000
Pm (abs)	32000	32000	24000	66000
Pn (abs)	7400	7700	7300	9500
PDI (Pm/Pn)	4,3	4,2	3,3	7,4
Pz (abs)	230000	150000	79000	670000
Pz (abs) / Pm (abs)	7,2	4,7	3,3	10,1
Pz (relativo)	43000	77000	49000	103000
Pz (relativo) / Pm (relativo)	2,6	3,5	2,7	3,3
MFI	1440	1156	1260	300
Tm (°C)	72,8	73,6	74,1	76,9
Cantidad de CTA, (%vol)	4,1	3,9	1,3	3,2

Evaluación de las propiedades de la composición dispersable en agua

1) Medición de temperatura de inicio del sellado (SIT)

[0096] Las composiciones dispersables en agua de los Ejemplos y los Ejemplos Comparativos se recubrieron uniformemente sobre una lámina de aluminio que tenía un grosor de 110 µm utilizando una barra de recubrimiento de alambre y después se secaron durante 10 minutos a 110 °C para formar una capa de revestimiento que tenía un grosor de 30 µm. La lámina que incluía la capa de revestimiento sobre la misma se cortó a un tamaño de 2,5 cm (ancho) y 15 cm (longitud) para preparar una muestra de recubrimiento.

[0097] La muestra preparada se puso en un dispositivo de prensa caliente equipado con 5 bloques calefactores, cada uno de los cuales tenía un tamaño de 2,5 cm (ancho) y 1 cm (longitud). Una lámina de aluminio no recubierta que tenía un tamaño de 2,5 cm (ancho) y 15 cm (longitud) se puso sobre la muestra. La muestra recubierta y la muestra no recubierta se adhirieron con una presión de 0,2 MPa.

[0098] La SIT se midió utilizando una máquina de prueba universal (UTM) como una temperatura mínima a la cual se obtuvieron 300 gf/25 mm de una fuerza de unión en una prueba de desprendimiento con un ángulo de desprendimiento de 180° y una tasa de desprendimiento de 100 mm/min

2) Medición de viscosidad

[0099] Se midieron viscosidades a 25 °C de las composiciones dispersables en agua de los Ejemplos y los Ejemplos Comparativos después de añadir el agente de neutralización utilizando un viscosímetro (Brookfield DV-II, Rotor N.º 52).

[0100] Los resultados se muestran en la Tabla 2 siguiente.

[Tabla 2]

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo Comparativo 2
SIT (°C)	115	120	135	Sellado(uni3n) fallido
Viscosidad (cps)	702	2347	571	628
Contenidos de s3lido (%p)	34	34	34	25
Grado de neutralizaci3n (%)	28	28	28	90

[0101] Haciendo referencia a la Tabla 2, la SIT de la composici3n dispersable en agua del Ejemplo 1 fue aproximadamente 20 °C menos que la del Ejemplo Comparativo 1. Espec3ficamente, haciendo referencia a la Figura 1, las temperaturas de uni3n a las que se obtuvieron 300 gf/25 mm de fuerza de uni3n fueron 120 °C o menos en los dos Ejemplos 1 y 2.

[0102] Adicionalmente, incluso aunque el grado de neutralizaci3n de la composici3n dispersable en agua del Ejemplo 1 fue remarcablemente inferior que el del Ejemplo Comparativo 2, las composiciones dispersables en agua del Ejemplo 1 y del Ejemplo Comparativo 2 tuvieron viscosidades similares. La composici3n dispersable en agua no pudo formarse a partir del cop3lmero del Ejemplo Comparativo 2 con los mismos contenidos de s3lidos y grado de neutralizaci3n que los del Ejemplo 1. Adem3s, cuando el contenido de s3lidos del cop3lmero del Ejemplo Comparativo 2 se aument3 al 30 %p o m3s, se produjo la gelificaci3n del cop3lmero en la composici3n dispersable y no pudo medirse la viscosidad.

REIVINDICACIONES

1. Un copolímero de etileno-ácido (met)acrílico que tiene un índice de polidispersidad (PDI) calculado mediante una cromatografía de permeación en gel (GPC)-detector de dispersión de luz (LS) en un intervalo de 3,5 a 8,0, y que tiene un índice de flujo de fusión (MFI) medido a 190 °C y 2,16 kg en un intervalo de 350 g/10 min a 1800 g/10 min.
2. El copolímero de etileno-ácido (met)acrílico, según la reivindicación 1, en donde un contenido de ácido (met)acrílico es del 15 al 30 %p y un contenido de etileno es del 70 al 85 %p.
3. El copolímero de etileno-ácido (met)acrílico, según la reivindicación 1, en donde un punto de fusión del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico está en un intervalo de 50 °C a 95 °C.
4. El copolímero de etileno-ácido (met)acrílico, según la reivindicación 1, en donde un peso molecular promedio en peso (Pm) del copolímero de etileno-ácido (met)acrílico está en un intervalo de 10.000 a 60.000.
5. El copolímero de etileno-ácido (met)acrílico, según la reivindicación 1, en donde una proporción de un peso molecular promedio z (Pz) medido por medio de una cromatografía de permeación en gel (GPC) con respecto a un peso molecular promedio en peso (Pm) medido por medio de una GPC está en un intervalo de 2,5 a 5,0.
6. El copolímero de etileno-ácido (met)acrílico, según la reivindicación 1, en donde una proporción de un peso molecular promedio z (Pz) medido por medio de una cromatografía de permeación en gel (GPC)-detector de dispersión de luz (LS) con respecto a un peso molecular promedio en peso (Pm) medido por medio de una GPC-detector LS está en un intervalo de 4 a 12.
7. El copolímero de etileno-ácido (met)acrílico, según la reivindicación 1, en donde el PDI del copolímero es de 3,8 a 6,0, y el MFI del copolímero está en un intervalo de 1.000 g/10 min a 1.500 g/10 min.
8. Una composición dispersable en agua que comprende:
 - un copolímero de etileno-ácido (met)acrílico que tiene un índice de polidispersidad (PDI) calculado mediante una cromatografía de permeación en gel (GPC)-detector de dispersión de luz (LS) en un intervalo de 3,5 a 8,0, y que tiene un índice de flujo de fusión (MFI) medido a 190 °C y 2,16 kg en un intervalo de 350 g/10 min a 1800 g/10 min;
 - un agente de neutralización; y
 - un medio de dispersión acuoso.
9. La composición dispersable en agua, según la reivindicación 8, en donde el contenido sólido de la composición está en un intervalo de 20 % a 50 %.
10. La composición dispersable en agua, según la reivindicación 8, en donde el contenido sólido de la composición está en un intervalo de 30% a 40%.
11. La composición dispersable en agua, según la reivindicación 8, en donde la viscosidad de la composición a 25 °C está en un intervalo de 100 cps a 10,000 cps.
12. La composición dispersable en agua, según la reivindicación 8, en donde la viscosidad de la composición a 25 °C está en un intervalo de 100 cps a 2.500 cps.
13. La composición dispersable en agua, según la reivindicación 12, en donde el grado de neutralización de grupos ácidos incluidos en copolímero de etileno-ácido (met)acrílico está en un intervalo de 25 % a 50 %.
14. La composición dispersable en agua, según la reivindicación 8, en donde el agente de neutralización incluye al menos uno de NH₄OH, una amina orgánica, KOH, NaOH, CsOH o LiOH.
15. La composición dispersable en agua, según la reivindicación 8, que comprende además al menos un polímero a base de poliolefina.

FIG. 1

