

**UNA ESTRUCTURA DE MÚLTIPLES CAPAS, UN LAMINADO QUE COMPRENDE
LA MISMA Y ARTÍCULOS QUE COMPRENDEN EL LAMINADO**

CAMPO DE LA INVENCION

5 La descripción se refiere a una estructura de múltiples capas, un laminado que comprende la misma y artículos que comprenden el laminado.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

10 La orientación es un método común para mejorar la resistencia física de los polímeros. Ciertas películas de polietileno biaxialmente orientadas se han usado para proporcionar dureza y claridad, que son favorables para reducir el espesor en aplicaciones de envasado flexible. Sin
15 embargo, tales películas de polietileno biaxialmente orientadas afectan negativamente el rendimiento de sellado térmico, especialmente en la temperatura inicial del sellado térmico. Por lo tanto, serían beneficiosas estructuras adicionales para uso en aplicaciones de envasado que
20 proporcionan dureza y claridad y buen rendimiento de sellado térmico.

BREVE DESCRIPCION DE LA INVENCION

25 La descripción es para una estructura de múltiples capas, un laminado que comprende la misma y artículos que

comprenden el laminado.

En una modalidad, la descripción proporciona una estructura de múltiples capas que comprende al menos una capa sellante de revestimiento, en donde la capa de revestimiento
5 comprende un polietileno que tiene una cristalinidad, C_S ; una capa de unión que comprende un primer polietileno que tiene una cristalinidad, C_T , en donde la capa de unión se adhiere a la capa de revestimiento, y una capa de volumen que comprende un segundo polietileno que tiene una cristalinidad, C_B , en
10 donde la capa de unión se coloca entre la capa de volumen y la capa sellante de revestimiento, en donde $C_B > C_T > C_S$; y en donde las capas son coextruidas y la estructura de múltiples capas se orienta por un proceso de orientación semi-fundido.

15 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La descripción proporciona una estructura de múltiples capas, un laminado que comprende la misma y artículos que comprenden el laminado.

"Polímero" significa un compuesto polimérico
20 preparado polimerizando monómeros, ya sea del mismo tipo o de un tipo diferente. El término genérico polímero por lo tanto abarca el término homopolímero (empleado para referirse a polímeros preparados de sólo un tipo de monómero, con el entendimiento que la cantidades de traza de impurezas se
25 pueden incorporar en la estructura del polímero), y el

término interpolímero como se define después. Las cantidades de trazas de impurezas (por ejemplo, residuos de catalizador) se pueden incorporar en y/o dentro del polímero. Un polímero puede ser un polímero único, una combinación de polímeros o
5 mezcla de polímeros.

"Poliiolefina" significa un polímero que comprende más de 50% en peso de unidades derivadas de uno o más monómeros olefínicos, por ejemplo etileno o propileno (con base en el peso del polímero) y, opcionalmente, puede
10 contener al menos un comonómero.

"Polietileno" significa un polímero que tiene más de 50 % en peso de unidades derivadas de monómero de etileno.

"Polipropileno" significa un polímero que tiene más de 50 % en peso de unidades derivadas de monómero de
15 propileno.

"Estructura de múltiples capas" significa cualquier estructura que tiene más de una capa. Por ejemplo, la estructura de múltiples capas puede tener dos, tres, cuatro, cinco o más capas. Una estructura de múltiples capas se puede
20 describir como que tiene las capas designadas con letras. Por ejemplo, una estructura de tres capas que tiene una capa de núcleo B, y dos capas externas A y C se puede designar como A/B/C. Asimismo, una estructura que tiene dos capas de núcleo B y C, y dos capas externas A y D sería designada A/B/C/D.

25 En una primera modalidad, la descripción

proporciona una estructura de múltiples capas que comprende al menos una capa sellante de revestimiento, en donde la capa de revestimiento comprende un polietileno que tiene una cristalinidad, C_S ; una capa de unión que comprende un primer polietileno que tiene una cristalinidad, C_T , en donde la capa de unión se adhiere a la capa de revestimiento, y una capa de volumen que comprende un segundo polietileno que tiene una cristalinidad, C_B , en donde la capa de unión se coloca entre la capa de volumen y la capa sellante de revestimiento, en donde $C_B > C_T > C_S$ y en donde las capas son coextruidas y la estructura de múltiples capas se orienta por un proceso de orientación semi-fundido.

Los polietilenos útiles en el revestimiento y las capas de unión incluyen, pero no se limitan a, homopolímero de etileno, copolímeros de etileno/ α -olefina, interpolímeros de etileno/ α -olefina/dieno, copolímeros de acetato de etilen vinilo y copolímeros de metacrilato de etileno.

En una segunda modalidad, la descripción proporciona un laminado que comprende la estructura de múltiples capas de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente, laminada sobre un sustrato seleccionado del grupo que consiste de tereftalato de polietileno biaxialmente orientado, polipropileno biaxialmente orientado, y poliamida biaxialmente orientada, y polietileno biaxialmente orientado.

En una tercera modalidad, la descripción

proporciona un envasado que comprende el laminado de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente.

La descripción proporciona la estructura de múltiples capas, laminado y envasado de acuerdo con cualquier
5 modalidad descrita en la presente, excepto que C_B es desde 42 a 63%. Todos los valores individuales y subrangos desde 42 a 63% se incluyen y se describen en la presente. Por ejemplo, C_B puede variar desde un límite inferior de 42, 47, 52, 59, o 61% a un límite superior de 44, 49, 54, 61 o 63%. Por
10 ejemplo, C_B puede ser desde 42 a 63%, o en la alternativa, desde 42 a 52%, o en la alternativa, desde 52 a 63%, o en la alternativa, desde 45 a 60%.

La descripción proporciona la estructura de múltiples capas, laminado y envasado de acuerdo con cualquier
15 modalidad descrita en la presente, excepto que $C_B - C_S$ es mayor que 3%. Todos los valores individuales mayores que 3% se incluyen y se describen en la presente. Por ejemplo, $C_B - C_S$ es mayor que 3%, o en la alternativa, mayor que 4%, o en la alternativa, mayor que 5%, o en la alternativa, mayor que 6%.

20 La descripción proporciona la estructura de múltiples capas, laminado y envasado de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente, excepto que el segundo polietileno tiene una densidad desde 0.910 a 0.940 g/cc. Todos los valores individuales y subrangos desde .910 a 0.940
25 g/cc se incluyen y se describen en la presente, por ejemplo

la densidad puede variar desde un límite inferior de 0.910, 0.920, 0.930 o 0.938 g/cc a un límite superior de 0.915, 0.926, 0.937, o 0.940 g/cc. Por ejemplo, la densidad del segundo polietileno puede tener una densidad desde 0.910 a 0.940 g/cc, o en la alternativa, desde 0.925 a 0.940 g/cc, o en la alternativa, desde 0.910 a 0.926 g/cc, o en el alternativa, desde 0.915 hasta 0.935 g/cc.

La descripción proporciona la estructura de múltiples capas, laminado y envasado de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente, excepto que la densidad del segundo polietileno es al menos 0.005 g/cc mayor que la densidad del polietileno orientado. Todos los valores individuales y subrangos desde al menos 0.005 g/cc mayores que la densidad del polietileno orientado se incluyen y se describen en la presente. Por ejemplo, la densidad del segundo polietileno puede ser al menos 0.005 g/cc mayor que la densidad del polietileno orientado, o en la alternativa, al menos 0.005 g/cc mayor que la densidad del polietileno orientado, o en la alternativa, al menos 0.007 g/cc mayor que la densidad del polietileno orientado, o en la alternativa, al menos 0.01 g/cc mayor que la densidad del polietileno orientado.

La descripción proporciona la estructura de múltiples capas, laminado y envasado de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente, excepto que la estructura

de múltiples capas tiene un espesor desde 20 a 80 micras. Todos los valores individuales y subrangos desde 20 a 80 micras se incluyen y se describen en la presente, por ejemplo el espesor de la estructura de múltiples capas puede variar desde un límite inferior de 20, 30, 40, 50, 60 o 70 micras a un límite superior de 25, 34, 45, 56, 65, 74 o 80 micras. Por ejemplo, el espesor de la estructura de múltiples capas puede variar desde 20 a 80 micras, o en la alternativa, desde 40 a 60 micras, o en la alternativa desde 20 a 50 micras, o en la alternativa, desde 40 a 80 micras.

La descripción proporciona la estructura de múltiples capas, laminado y envasado de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente, excepto que la estructura de múltiples capas es una capa sellante.

La descripción proporciona la estructura de múltiples capas, laminado y envasado de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente, excepto que el primer polietileno de la capa de unión tiene una fracción de peso acumulativa mayor que 0.18 para las fracciones con una temperatura desde 95 a 115°C. Todos los valores individuales y subrangos mayores que 0.18 de fracción de peso acumulativa se incluyen y se describen en la presente. Por ejemplo, el primer polietileno de la capa de unión tiene una fracción de peso acumulativa para las fracciones con una temperatura desde 95 a 115°C mayor que 0.18, o en la alternativa, mayor

que 0.22, o en la alternativa, mayor que 0.25, o en la alternativa, mayor que 0.3.

La descripción proporciona el laminado y envasado de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente, excepto que la estructura de capas múltiples se lamina sobre el sustrato por laminación por extrusión.

La descripción proporciona el laminado y envasado de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente, excepto que la estructura de capas múltiples se lamina sobre el sustrato por laminación adhesiva.

La descripción proporciona el laminado y envasado de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente, excepto que el adhesivo es a base de solvente.

La descripción proporciona el laminado y envasado de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente, excepto que el adhesivo está libre de solvente.

La descripción proporciona el laminado y envasado de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente, excepto que el adhesivo es a base de agua.

El envase de acuerdo con cualquier modalidad descrita en la presente se puede usar para cualquier propósito y para contener cualquier tipo de producto. En una modalidad particular, el envasado se usa para contener productos alimenticios líquidos, en polvo, o secos.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos ilustran la presente invención pero no están destinados a limitar el alcance de la invención.

5 Se prepararon tres estructuras monocapas o de múltiples capas, Estructuras Comparativas 1 y 2 y Estructura de la Invención 1. Las composiciones de cada capa se muestran en la Tabla 1. El espesor total de cada estructura de múltiples capas es aproximadamente 1000 micras. Debido a que
10 las tres capas de la Estructura Comparativa 1 se hacen del mismo material, esta estructura es una estructura monocapa sin capa sellante especificada. ELITE 5220G se coextruyó como la capa sellante en la Estructura Comparativa 2. Sin embargo, las capas de volumen y de unión de la Estructura Comparativa
15 2 tienen la misma composición. En la Estructura de la Invención 1, las composiciones de las capas de volumen, de unión y sellantes son diferentes. Una mezcla de 63% en peso de 13C09R02, 7% en peso de LDPE 621i y 30% en peso de ELITE 5220G con una densidad de 0.923 g/cc y 47% de cristalinidad
20 se empleó como la capa de unión.

Tabla 1

	Relación de Capas	Estructura Comparativa 1	Estructura Comparativa 2	Estructura Comparativa 3	Estructura de la Invención 1
25 Capa de volumen	70%	90% de LLDPE-1 + 10% de LDPE	90% de LLDPE-1 + 10% de LDPE	90% de LLDPE-1 + 10% de LDPE	90% de LLDPE-1 + 10% de LDPE 621i

5

		621i	621i	621i	
Capa de unión	15%	90% 1 LLDPE-1 + 10% de LDPE 621i	90% de LLDPE-1 + 10% de LDPE 621i	100 % DOWLEX 2047G	63% de LLDPE-1 + 7% de LDPE 621i + 30% de ELITE 5220G
Sealant layer	15%	90% de LLDPE-1 + 10% de LDPE 621i	100% de ELITE 5220G	100% de ELITE 5220G	100% de ELITE 5220G

LDPE 620i es un polietileno de baja densidad (disponible comercialmente de The Dow Chemical Company (Midland, MI, EUA) que tiene un índice de fusión, I_2 , de 2.3 g/10 min y una densidad de 0.920 g/cm³. ELITE 5220G es un LLDPE A base de octeno que tiene un índice de fusión, I_2 , de 3.5 g/10 min y una densidad de 0.915 g/cc (disponible comercialmente de The Dow Chemical Company). DOWLEX 2047G es un polietileno de baja densidad lineal que tiene un índice de fusión, I_2 , de 2.3 g/10 min y una densidad de 0.917 g/cc, que está disponible comercialmente de The Dow Chemical Company.

LLDPE-1 un polietileno de baja densidad lineal a base de etileno/1-octeno (LLDPE) con un I_2 de 1.6 g/10 min y una densidad de 0.926 g/cc.

Los LLDPE incluyen polietileno de baja densidad lineal catalizado con Ziegler Natta, polietileno de baja densidad lineal catalizado de sitio único (incluyendo metalloceno) (m-LLDPE), y polietileno de densidad media (MDPE), siempre que el MDPE tenga una densidad no mayor de 0.940 g/cm³; así como combinaciones de dos o más de los

anteriores. Estas resinas de polietileno son generalmente conocidas en la técnica. Las resinas de LLDPE mejor adecuados para uso en la presente solicitud se pueden caracterizar por los siguientes tres parámetros.

5 El LLDPE para uso en la presente invención tiene un $MW_{HDF} > 95$ mayor que 135 kg/mol e $I_{HDF} > 95$ mayor que 42 kg/mol.

El LLDPE preferiblemente tiene un índice de fusión (190°C, 2.16 kg) en el rango desde 0.5 a 10 g/10 minutos.

10 El LLDPE preferiblemente tiene una densidad en el rango desde 0.91 a 0.94 g/cm³.

Peso molecular de la fracción de alta densidad ($MW_{HDF>95}$) e índice de fracción de alta densidad ($I_{HDF>95}$)

15 El peso molecular del polímero se puede determinar directamente de la LS (dispersión de luz a ángulo de 90 grados, Detectores de Precisión) y el detector de concentración (IR-4, Polymer Char) de acuerdo con la aproximación de Rayleigh-Gans-Debys (A. M. Striegel y W. W. Yau, Modern Size-Exclusion Liquid Chromatography, 2^a Edición, 20 página 242 y página 263, 2009) suponiendo un factor de forma de 1 y todos los coeficientes viriales iguales a cero. Los valores basales se sustraen de los cromatogramas de LS (90 grados) e IR-4 (canal de medición). Para la resina completa, 25 las ventanas de integración se establecieron para integrar

todos los cromatogramas en la temperatura de elución (la calibración de la temperatura se especificó anteriormente) que varía desde 25.5 hasta 118°C. La fracción de alta densidad se define como la fracción que tiene una temperatura de elución mayor que 95.0°C en CEF. La medición de la $MW_{HDF>95}$ e $I_{HDF>95}$ incluye las siguientes etapas:

- (1) Medición del desplazamiento interdetectores. El desplazamiento se define como el desplazamiento de volumen geométrico entre el detector de LS con respecto al detector de IR-4. Se calcula como la diferencia del volumen de elución (ml) del pico de polímero entre los cromatogramas de IR-4 y LS. Se convierte a desplazamiento de temperatura usando la velocidad térmica de elución y velocidad de flujo de elución. Se usa un polietileno de alta densidad (sin comonomero, índice de fusión I_2 de 1.0, polidispersidad o distribución de peso molecular M_w/M_n de aproximadamente 2.6 por cromatografía de permeación en gel convencional). Se usan las mismas condiciones experimentales que el método de CEF anterior, excepto para los siguientes parámetros: cristalización a 10°C/min desde 140°C a 137°C, equilibrio térmico a 137°C durante 1 minuto como el Tiempo de Elución de Fracción Soluble, y elución a 1°C/min desde 137°C a 142°C. La velocidad de flujo durante la cristalización es 0.10

ml/min. La velocidad de flujo durante la elución es 0.80 ml/min. La concentración de la muestra es 1.0 mg/ml.

- (2) Cada punto de datos en el cromatograma de LS se desplaza para corregir el desplazamiento interdetectores antes de la integración.
- (3) El peso molecular a cada temperatura de retención se calcula como la señal de LS sustraída del valor basal/la señal de IR4/constante de MW (K) sustraída del valor basal
- (4) Los cromatogramas de LS e IR-4 sustraídos del valor basal se integran en el rango de temperatura de elución de 95.0 a 118.0°C.
- (5) El peso molecular de la fracción de alta densidad ($MW_{HDF>95}$) se calcula de acuerdo con

$$MW_{HDF>95} = \int_{95}^{118} Mw \cdot C \cdot dT / \int_{95}^{118} C \cdot dT$$

donde Mw es el peso molecular de la fracción de polímero a la temperatura de elución T y C es la fracción de peso de la fracción de polímero a la temperatura de elución T en el CEF,

y

$$\int_{25}^{118} C \cdot dT = 100\%$$

- (6) El índice de fracción de alta densidad ($I_{HDF>95}$) se calcula como

$$I_{HDF>95} = \int_{95}^{118} Mw \cdot C \cdot dT$$

donde M_w es el peso molecular de la fracción de polímero a la temperatura de elución T en el CEF.

La constante de MW (K) de CEF se calcula usando
5 NIST polietileno 1484a analizado con las mismas condiciones para la medición del desplazamiento interdetectores. La constante de MW (K) se calcula como "(el área integrada total de LS) de NIST PE1484a/(el área integrada total) del canal de medición de IR-4 de NIST PE 1484a/122,000".

10 El nivel de ruido blanco del detector de LS (90 grados) se calcula del cromatograma LS antes de la elución del polímero. El cromatograma de LS primero se corrige primero para la corrección de valor basal para obtener la señal sustraída del valor basal. El ruido blanco de la LS se
15 calcula como la desviación estándar de la señal de LS sustraída del valor basal usando al menos 100 puntos de datos antes de la elución del polímero. El ruido blanco típico para LS es 0.20 a 0.35 mV, mientras que el polímero completo tiene una altura de pico sustraída del valor basal típicamente
20 alrededor de 170 mV para el polietileno de alta densidad sin comonomero, I_2 de 1.0, polidispersidad M_w/M_n aproximadamente 2.6 usado en las mediciones de desplazamiento interdetectores. Se debe tener cuidado de proporcionar una relación señal a ruido (la altura de pico del polímero
25 completo al ruido blanco) de al menos 500 para el polietileno

de alta densidad.

Las densidades generales y cristalinidad calculada de la formulación de polímero en cada capa de las Estructuras Comparativas 1 y 2 y Estructura de la Invención 1 se listan en la Tabla 2.

Tabla 2

	Estructura Comparativa 1	Estructura Comparativa 2	Estructura Comparativa 3	Estructura de la Invención 1
Densidad de la capa de volumen	0.926 g/cm ³	0.926 g/cm ³	0.926 g/cm ³	0.926 g/cm ³
Cristalinidad de la capa de volumen	52.9%	52.9%	52.9%	52.9%
Densidad de la capa de unión	0.926 g/cm ³	0.926 g/cm ³	0.917 g/cc	0.923 g/cm ³
Cristalinidad de la capa de unión	52.9%	52.9%	46.6%	50.8%
Densidad de la capa sellante	0.926 g/cm ³	0.915 g/cm ³	0.915 g/cc	0.915 g/cm ³
Cristalinidad de la capa sellante	52.9%	45.1%	45.1%	45.1%

Las Estructuras Comparativas y de la Invención se sometieron a un estiramiento simultáneo 6x6 en estirador de laboratorio Accupull con una temperatura de estiramiento de 118°C y velocidad de estiramiento de 200% por segundo. La película estirada se laminó sobre una película de tereftalato de polietileno biaxialmente orientado de 12 micras (BOPET), por MOR-FREE MF698A + C79 (100:50) (que es un sistema adhesivo de poliuretano de dos componentes sin solvente

orgánico procesado a 40-45°C, disponible comercialmente de The Dow Chemical Company) a peso de revestimiento de 1.7 gsm. La resistencia al sellado de las películas laminadas se analizó y los resultados de la resistencia al sellado térmico (N/25 mm) se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3

Temperatura de Sello (°C)	90	100	110	120	130	140	150	160
Laminado de Estructura Comparativa 1/BOPET	0.16	-0.09	0.06	0.2	1.53	40.6	31.85	10.67
Laminado de Estructura Comparativa 2/BOPET	-0.04	4.64	6.85	7.26	12.75	28.90	31.18	26.65
Laminado de Estructura Comparativa 3/BOPET	0.89	1.09	6.16	6.29	10.97	22.92	17.7	18.50
Laminado de Estructura de la Invención 1/BOPET	-0.09	-0.13	9.79	13.77	19.52	33.92	41.63	39.79

El análisis de distribución de comonomero se realiza con Fraccionamiento de Elución por Cristalización (CEF) realizado en la Estructura Comparativa 3 y Estructura de la Invención 1. Los resultados del análisis de CEF se dan

en la Tabla 4.

Tabla 4

	% en peso en Cada Zona de Temperatura		
°C	25-35	35-95	95-115
Estructura Comparativa 3	6.1%	79.0%	14.9%
Estructura de la Invencción 1	2.9%	64.1%	33.0%

Métodos de Prueba

Los métodos de prueba incluyen los siguientes:

La cristalinidad del polímero se puede medir por calorimetría de barrido diferencial, y otros métodos analíticos. Para el homopolímero de etileno o copolímeros de etileno-alfa-olefina, y los ejemplos en la presente, la cristalinidad se puede calcular a partir de su densidad por la siguiente ecuación:

$$\text{Crist.} = \frac{1}{\text{Den.}} \left(\frac{\text{Den.} - 0.855}{0.145} \right)$$

La densidad del polímero se mide de acuerdo con ASTM D792.

Resistencia de sellado: El probador de adherencia en caliente (Modelo 4000, J & B Corp.) se usa en el modo "sólo sellado" sin extracción, para realizar el sellado

térmico. Los parámetros del sellado son como sigue: anchura de la muestra = 25 mm; tiempo de sellado = 0.5 s; presión de sellado = 0.275 MPa. Luego, los especímenes sellados se envejecen aproximadamente 24 horas, bajo ambiente controlado (23 $\pm$ 2°C, 55 $\pm$ 5 de humedad relativa). Después, la resistencia de sellado se prueba en una máquina de tracción (Tipo 5943, INSTRON Corp.) con velocidad de extracción de 500 mm/min. La carga máxima se registra como la resistencia de sellado.

Método de CEF: El análisis de distribución de comonomero se realiza con Fraccionamiento de Elución por Cristalización (CEF) (PolymerChar, España) (Monrabal et al, Macromol. Symp. 257, 71-79 (2007)) equipado con detector de IR-4 (PolymerChar, España) y detector de dispersión de luz de dos ángulos Modelo 2040 (Precision Detectors, actualmente Agilent Technologies). Se usa detector de IR-4 o IR-5. Una columna de seguridad de 10 micras de 50X4.6 mm (PolymerLab, actualmente Agilent Technologies) se instala justo antes del detector de IR-4 en el horno detector. El orto-diclorobenceno (ODCB, 99% de grado anhidro) y 2,5-di-terc-butil-4-metilfenol (BHT, número de catálogo B1378-500G, número de lote 098K0686) se adquirieron de Sigma-Aldrich. El gel de sílice 40 (tamaño de partícula de 0.2 ~ 0.5 mm, número de catálogo 10181-3) se adquirió de EMD Chemicals. El gel de sílice se seca en un horno de vacío a 160°C durante aproximadamente dos horas

antes del uso. Ochocientos miligramos de BHT y cinco gramos de gel de sílice se añaden a dos litros de ODCB. El ODCB que contiene BHT y gel de sílice "ahora es referido como ODCB". Este ODCB se rocía con nitrógeno seco (N₂) durante una hora
5 antes de su uso. El nitrógeno seco es tal que se obtiene haciendo pasar nitrógeno a <90 psig (6.32 kg/cm²) sobre CaCO₃ y tamices moleculares de 5Å. El nitrógeno resultante debe tener un punto de rocío de aproximadamente -73°C. La preparación de la muestra se realiza con automuestreador a 4
10 mg/ml (a menos que se especifique lo contrario) bajo agitación a 160°C durante 2 horas. El volumen de inyección es 300 µl. El perfil de temperatura de CEF es: cristalización a 3°C/min desde 110°C a 30°C, el equilibrio térmico a 30°C durante 5 minutos (incluyendo Tiempo de Elución de Fracción
15 Soluble que se establece como 2 minutos), elución a 3°C/min desde 30°C a 140°C. La velocidad de flujo durante la cristalización es 0.052 ml/min. La velocidad de flujo durante la elución es 0.50 ml/min. Los datos se recolectan en un punto de datos/segundo.

20 La columna de CEF se empaca por la Dow Chemical Company con perlas de vidrio a 125 µm ± 6% (MO-SCI Specialty Products) con tubo de acero de 1/8 de pulgada (0.31 cm) de acuerdo con US 2011/0015346 A1. El diámetro exterior (OD) de la columna es de 1/8 pulgadas (0.31 cm). Los parámetros
25 críticos necesarios para duplicar el método incluyen el

diámetro interno (ID) de la columna, y longitud (L) de la columna. La elección de ID y L debe ser tal que cuando se empaca con las perlas de vidrio de 125 μm de diámetro, el volumen interno de líquido es 2.1 a 2.3 ml. Si L es de 152
5 cm, entonces ID debe ser 0.206 cm y el espesor de pared debe ser 0.056 cm. Se pueden usar diferentes valores para L e ID, siempre y cuando el diámetro de la perla de cristal sea 125 μm y el volumen de líquido interno esté entre 2.1 y 2.3 ml. La calibración de la temperatura de la columna se realiza usando
10 una mezcla de polietileno lineal 1475a de Material de Referencia Estándar de NIST (1.0 mg/ml) y Eicosano (2 mg/ml) en ODCB. La calibración de la temperatura de CEF consiste de cuatro etapas: (1) Calcular el volumen de retraso definido como el desplazamiento de temperatura entre la temperatura de
15 elución de pico medida del eicosano menos 30.00°C; (2) Sustraer el desplazamiento de temperatura de la temperatura de elución de los datos de temperatura brutos de CEF. Se observa que este desplazamiento de temperatura es una función de las condiciones experimentales, tales como la temperatura
20 de elución, velocidad de flujo de elución, etc., (3) Crear una línea de calibración lineal que transforma la temperatura de elución a través de una gama de 30.00°C y 140.00°C de modo que el polietileno lineal 1475a de NIST tiene una temperatura pico a 101.0°C, y el eicosano tiene una temperatura pico de
25 30.0°C, (4) Para la fracción soluble medida isotérmicamente a

30°C, la temperatura de elución se extrapola linealmente usando la velocidad de calentamiento de elución de 3°C/min. Las temperaturas de pico de elución reportadas se obtienen de manera que la curva de calibración de contenido de comonomero observado esté de acuerdo con lo reportado previamente en US 2011/0015346 A1.

La presente invención se puede realizar en otras formas sin apartarse del espíritu y los atributos esenciales de la misma, y, en consecuencia, debe hacerse referencia a las reivindicaciones adjuntas, en lugar de a la especificación anterior, como indicativas del alcance de la invención.

15

20

25