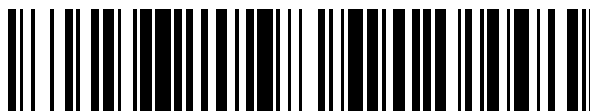


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 686 731**

51 Int. Cl.:

C08C 19/25	(2006.01)
C08F 297/04	(2006.01)
C08L 53/02	(2006.01)
C09J 11/06	(2006.01)
C09J 11/08	(2006.01)
C09J 153/02	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.01.2015 PCT/JP2015/051729**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.07.2015 WO15111669**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.01.2015 E 15740711 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.08.2018 EP 3098242**

54 Título: **Composición de copolímero de bloques y composición adhesiva**

30 Prioridad:

23.01.2014 JP 2014010810

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

19.10.2018

73 Titular/es:

**ASAHI KASEI KABUSHIKI KAISHA (50.0%)
1-105, Kanda Jinbocho Chiyoda-ku
Tokyo 101-8101, JP y
JAPAN ELASTOMER CO., LTD. (50.0%)**

72 Inventor/es:

**HISASUE, TAKAHIRO;
NAKAJIMA, SHIGEO;
ARAKI, YOSHIFUMI y
NAKAMICHI, YUKINORI**

74 Agente/Representante:

DURAN-CORRETJER, S.L.P

ES 2 686 731 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

Composición de copolímero de bloques y composición adhesiva

5 Sector técnico

La presente invención se refiere a una composición de copolímero de bloques y a una composición adhesiva que comprende la misma.

10 Técnica anterior

Los copolímeros de bloques de monómero de dieno conjugados a monómeros de vinilo aromático (por ejemplo, SBS: copolímero de bloques de estireno-butadieno-estireno, SIS: copolímero de bloques de estireno-isopreno-estireno) han sido ampliamente utilizados recientemente como polímero de base para adhesivos en solución y fundidos en caliente ("hot melt") y adhesivos viscosos. Por ejemplo, la bibliografía de patente 1 y la bibliografía de patente 2 dan a conocer una composición adhesiva o una composición adhesiva con un SBS. Estas composiciones adhesivas o composiciones adhesivas con un SBS o con un SIS, sin embargo, tienen una alta viscosidad en estado fundido y son insuficientes en el equilibrio entre las características de fusión o capacidad de recubrimiento y las características adhesivas viscosas, tales como la fuerza de pegajosidad.

20 Para una solución mejorada sobre éstos, la bibliografía de patente 3 da a conocer una composición adhesiva que contiene un copolímero de tres bloques y un copolímero de dos bloques.

25 La bibliografía de patente 4 da a conocer una composición adhesiva que contiene un copolímero de bloque obtenido mediante el acoplamiento con un agente de acoplamiento bifuncional particular (un monoéster alifático, un compuesto de dihalógeno particular).

30 Además, la bibliografía de patente 5 da a conocer una composición que contiene: un copolímero de bloque obtenido mediante la hidrogenación de un copolímero de bloque de un compuesto de hidrocarburo de vinilo aromático y un compuesto de dieno conjugado en un porcentaje particular; y un agente de pegajosidad.

Además, la bibliografía de patente 6 y bibliografía de patente 7 dan a conocer una composición adhesiva que contiene dos o más composiciones de copolímeros de bloque para una solución mejorada.

35 Lista de documentos citados

Bibliografía de patentes

40 Bibliografía de patente 1: Publicación de patente japonesa No. S44-17037
 Bibliografía de patente 2: Publicación de patente japonesa No. S56-49958
 Bibliografía de patente 3: Patente japonesa abierta a inspección pública No. S61-278578
 Bibliografía de patente 4: Patente japonesa abierta a inspección pública No. S61-261310
 Bibliografía de patente 5: Patente japonesa abierta a inspección pública No. H05-69874
 Bibliografía de patente 6: Patente japonesa abierta a inspección pública No. 2000-309767
 45 Bibliografía de patente 7: Patente japonesa abierta a inspección pública No. 2004-137297

50 Documento JP 2004-083791A da a conocer un procedimiento para la producción de un copolímero de dibloque que tiene un bloque de vinilo aromático y un bloque de dieno, y un copolímero trirramificado y/o tetrarramificado que tiene un bloque de vinilo aromático y un bloque de dieno.

Características de la invención

Solución al problema

55 Sin embargo, las composiciones adhesivas viscosas y las composiciones adhesivas dadas a conocer en las bibliografías de patente 3 y 4 son insuficientes en el efecto de mejora en las prestaciones anteriores. Además, incluso las composiciones dadas a conocer en las bibliografías de patente 5, 6 y 7 son aún insuficientes en el equilibrio de prestaciones entre las características de adhesión viscosa y las características de fusión o capacidad de recubrimiento.

60 De este modo, la presente invención se realiza en vista de los problemas descritos anteriormente en la técnica convencional, y un objetivo de la presente invención es dar a conocer una composición de copolímero de bloques para servir como una composición adhesiva con un equilibrio excelente entre la prestación de adhesión viscosa y la viscosidad en estado fundido y que tiene una pegajosidad, fuerza de retención, características de fusión y capacidad de recubrimiento excelentes, y una composición adhesiva que comprende la composición de copolímero de bloques.

65

Solución al problema

Los presentes inventores estudiaron diligentemente resolver los problemas anteriores y han descubierto que los problemas anteriores se pueden resolver de manera eficaz mediante la utilización de dos tipos de copolímeros de bloques que tienen cada uno una estructura, composición y peso molecular promedio en peso particulares y han realizado la presente invención.

De manera específica, la presente invención es de la siguiente manera:

[1] Una composición de copolímero de bloques que comprende:
 el 50% en masa o más y el 90% en masa o menos de un componente (a), y el 10% en masa o más y el 50 % en masa o menos de un componente (b), en la que
 el componente (a) es un copolímero de bloques que comprende un bloque de polímero (A) que comprende principalmente una unidad de monómero de vinilo aromático y un bloque de polímero (B) que comprende principalmente una unidad de monómero de dieno conjugado, en el que el copolímero de bloques tiene un peso molecular promedio en peso de 30.000 o superior y de 150.000 o inferior;
 el componente (b) es un copolímero de bloques que comprende un bloque de polímero (A) que comprende principalmente una unidad de monómero de vinilo aromático y un bloque de polímero (B) que comprende principalmente una unidad de monómero de dieno conjugado;
 el componente (b) comprende un componente (b-2) en una proporción de peso molecular promedio en peso con respecto al peso molecular promedio en peso del componente (a) de 2,5 o más y de menos de 3,4, y un componente (b-3) en una proporción de peso molecular promedio en peso con respecto al peso molecular promedio en peso del componente (a) de 3,4 o más y de menos de 4,5; y
 el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático en el componente (a) y el componente (b) es del 10% al 50% en masa en base a la cantidad total del componente (a) y el componente (b).

[2] La composición de copolímero de bloques, según el punto [1], que tiene una viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa de 10 mPa·s a 90 mPa·s.

[3] La composición de copolímero de bloques, según el punto [1], que tiene una viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa mayor que 90 mPa·s y de 600 mPa·s o menos.

[4] La composición de copolímero de bloques, según cualquiera de los puntos [1] a [3], en la que el componente (b) comprende, además, un componente (b-1) en una proporción de peso molecular promedio en peso con respecto al peso molecular promedio en peso del componente (a) de 1,5 o más y de menos de 2,5.

[5] La composición de copolímero de bloques, según el punto [4], en la que la proporción del área para el componente (b-1) en una curva de elución de CPG con respecto al área total para el componente (b) es de 0,6 o menos.

[6] La composición de copolímero de bloques, según el punto [4], en la que la proporción del área para el componente (b-1) en una curva de elución de CPG con respecto al área total para el componente (b) es de 0,2 o menos.

[7] La composición de copolímero de bloques, según cualquiera de los puntos [1] a [6], en la que la proporción del área para el componente (b-2) en una curva de elución de CPG con respecto al área total para el componente (b) es de 0,1 a 0,97, y la proporción del área para el componente (b-3) en una curva de elución de CPG con respecto al área total para el componente (b) es de 0,03 a 0,9.

[8] La composición de copolímero de bloques, según cualquiera de los puntos [1] a [7], en la que el componente (b) tiene un peso molecular promedio en peso de 60.000 o superior y de 600.000 o inferior.

[9] La composición de copolímero de bloques, según cualquiera de los puntos [1] a [8], en la que el componente (a) es un copolímero de bloques representado por (A-B) y/o (A-B)_nX, en las que A representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización, y el componente (b) es un copolímero de bloques representado por (A-B)₃X y la fórmula (A-B)₄X, en las que A representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización.

[10] La composición de copolímero de bloques, según cualquiera de los puntos [1] a [8], en la que el componente (a) es un copolímero de bloques representado por (A-B) y/o (A-B)_nX, en las que A representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización, y el componente (b) es un copolímero de bloques representado por (A-B)₂X, (A-B)₃X y la fórmula (A-B)₄X, en las que A

representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización.

5 [11] La composición de copolímero de bloques, según cualquiera de los puntos [1] a [10], en la que el contenido del componente (a) es del 70% en masa o más y del 90% en masa o menos, y el contenido del componente (b) es del 10% en masa o más y del 30% en masa o menos.

10 [12] La composición de copolímero de bloques, según cualquiera de los puntos [1] a [10], en la que el contenido del componente (a) es del 50% en masa o más y de menos del 70% en masa, y el contenido del componente (b) es de más del 30% en masa y del 50% en masa o menos.

15 [13] La composición de copolímero, según cualquiera de los puntos [1] a [12], en la que la proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado en el componente (a) y el componente (b) es del 20% en masa al 70% en masa.

[14] La composición de copolímero, según cualquiera de los puntos [1] a [12], en la que la proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado en el componente (a) y el componente (b) es de más del 70% en masa.

20 [15] Una composición adhesiva que comprende:
100 partes en masa de la composición de copolímero de bloques, según cualquiera de los puntos [1] a [14];
de 50 a 400 partes en masa de un agente de pegajosidad ("tackifier"); y
de 10 a 200 partes en masa de un agente de reblandecimiento ("softener").

25 Efectos ventajosos de la invención

La presente invención puede dar a conocer una composición de copolímero de bloques para servir como una composición adhesiva que tiene un equilibrio excelente entre la prestación de adhesión viscosa y la viscosidad en estado fundido y que tiene una pegajosidad, fuerza de retención, características de fusión y capacidad de recubrimiento excelentes, y una composición adhesiva que comprende la composición de copolímero de bloques.

Descripción breve de los dibujos

35 [Figura 1] La figura 1 muestra un gráfico verticalmente dividido en un punto de inflexión entre los picos para los componentes (b-2) y (b-3).

[Figura 2] La figura 2 muestra otro gráfico verticalmente dividido en un punto de inflexión entre los picos para los componentes (b-2) y (b-3).

40 [Figura 3] La figura 3 muestra un gráfico verticalmente dividido en los puntos de inflexión entre los picos para los componentes (b-1), (b-2) y (b-3).

Descripción de las realizaciones

45 En lo sucesivo, las realizaciones de la presente invención (en lo sucesivo denominadas "las presentes realizaciones") se describirán en detalle. Cabe indicar que la presente invención no se limita a las siguientes realizaciones y se puede implementar con varias modificaciones dentro del alcance de la esencia de la invención.

[Composición de copolímero de bloques]

50 Una composición de copolímero de bloques, según las presentes realizaciones, comprende:
el 50% en masa o más y el 90% en masa o menos de un componente (a), y el 10% en masa o más y el 50 % en masa o menos de un componente (b), en la que
55 el componente (a) es un copolímero de bloques que comprende un bloque de polímero (A) que comprende principalmente una unidad de monómero de vinilo aromático y un bloque de polímero (B) que comprende principalmente una unidad de monómero de dieno conjugado, en la que el copolímero de bloques tiene un peso molecular promedio en peso de 30.000 o superior y de 150.000 o inferior;
el componente (b) es un copolímero de bloques que comprende un bloque de polímero (A) que comprende principalmente una unidad de monómero de vinilo aromático y un bloque de polímero (B) que comprende
60 principalmente una unidad de monómero de dieno conjugado;
el componente (b) comprende un componente (b-2) en una proporción de peso molecular promedio en peso con respecto al peso molecular promedio en peso del componente (a) de 2,5 o más y menos de 3,4, y un componente (b-3) en una proporción de peso molecular promedio en peso con respecto al peso molecular promedio en peso del
65 componente (a) de 3,4 o más y menos de 4,5; y
el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático en el componente (a) y el componente (b) es del 10% al 50% en masa en base a la cantidad total del componente (a) y el componente (b).

(Estructura)

5 La composición de copolímero de bloques, según las presentes realizaciones, que contienen un copolímero de bloques que contiene un bloque de polímero (A) que comprende principalmente una unidad de monómero de vinilo aromático (en lo sucesivo, denominada ocasionalmente "A") y un bloque de polímero (B) que comprende principalmente una unidad de monómero de dieno conjugado (en lo sucesivo, denominada ocasionalmente "B").

10 En el presente documento, la "unidad de monómero de vinilo aromático" se refiere a una estructura resultante de la polimerización de un compuesto de hidrocarburo de vinilo aromático y la "unidad de monómero de dieno conjugado" se refiere a una estructura resultante de la polimerización de un compuesto de dieno conjugado.

15 El "bloque de polímero (A) que comprende principalmente una unidad de monómero de vinilo aromático" se refiere a un bloque de polímero que contiene una unidad de monómero de vinilo aromático en un contenido del 50% en masa o más, de manera preferente, en un contenido del 70% en masa o más, de manera más preferente, en un contenido del 85% en masa o más, y de manera aún más preferente, en un contenido del 95% en masa o más. El "bloque de polímero (B) que comprende principalmente una unidad de monómero de dieno conjugado" se refiere a un bloque de polímero que contiene una unidad de monómero de dieno conjugado en un contenido de más del 50% en masa, de manera preferente, en un contenido del 70% en masa o más, de manera más preferente, en un contenido del 85% en masa o más, y de manera aún más preferente, en un contenido del 95% en masa o más. Cada componente se describirá en detalle a continuación.

[Copolímero de bloques]

25 (Componente (a))

El componente (a) es un copolímero de bloques que contiene un bloque de polímero (A) y un bloque de polímero (B) y que tiene un peso molecular promedio en peso de 30.000 o superior y 150.000 o inferior.

30 El peso molecular promedio en peso del copolímero de bloques como componente (a) es de 30.000 o superior y 150.000 o inferior, de manera preferente, 30.000 o superior y 140.000 o inferior, de manera más preferente, 30.000 o superior y 130.000 o inferior, de manera más preferente, 35.000 o superior y 120.000 o inferior, y de manera aún más preferente, 40.000 o superior y 120.000 o inferior. El peso molecular promedio en peso del componente (a) en dicho intervalo proporciona una composición de copolímero de bloques y una composición adhesiva que tienen una fuerza de pegajosidad y pegajosidad, y características de baja viscosidad en estado fundido excelentes. El peso molecular promedio en peso del componente (a) se puede determinar mediante la utilización de un procedimiento para la evaluación β descrita en los ejemplos.

40 La estructura del componente (a) no está limitada y entre los ejemplos de la misma incluyen $(A-B)_n$, $(A-B)_nX$, $(A-B)_nA$, $(A-B)_nAX$, $(B-A)_nX$, $(B-A)_nB$ y $(B-A)_nBX$ (en las que A representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); X representa un residuo de un agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización; y n es un número entero de 1 o más y, de manera preferente, un número entero de 1 a 5). Entre éstos, son preferentes los copolímeros de dos bloques representados por la fórmula $(A-B)$ o la fórmula $(A-B)X$. La composición (a) que tiene dicha estructura tiende a proporcionar una composición de copolímero de bloques y una composición adhesiva que tienen excelentes características de adhesión viscosa, características de baja viscosidad en estado fundido y características de alto punto de reblandecimiento.

(Componente (b))

50 El componente (b) contiene un bloque de polímero (A) y un bloque de polímero (B). Además, el componente (b) contiene un componente (b-2) en una proporción de peso molecular promedio en peso con respecto al peso molecular promedio en peso del componente (a) de 2,5 o más y menos de 3,4, y un componente (b-3) en una proporción de peso molecular promedio en peso con respecto al peso molecular promedio en peso del componente (a) de 3,4 o más y menos de 4,5.

55 La proporción del peso molecular promedio en peso en términos de componente (b-2)/componente (a) es de 2,5 o más y menos de 3,4, de manera preferente, de 2,6 o más y menos de 3,3, y de manera más preferente, de 2,7 o más y menos de 3,2. La proporción de peso molecular promedio en peso en términos de componente (b-2)/componente (a) en el intervalo proporciona una composición de copolímero de bloques y una composición adhesiva que tienen excelentes características de adhesión viscosa, características de baja viscosidad en estado fundido y características de alto punto de reblandecimiento.

60 La proporción del peso molecular promedio en peso en términos de componente (b-3)/componente (a) es de 3,4 o más y menos de 4,5, de manera preferente, de 3,5 o más y menos de 4,4, y de manera más preferente, de 3,5 o más y menos de 4,3. La proporción del peso molecular promedio en peso en términos de componente (b-3)/componente (a) en el intervalo proporciona una composición de copolímero de bloques y una composición

adhesiva que tienen excelentes características de adhesión viscosa, características de baja viscosidad en estado fundido y características de alto punto de reblandecimiento.

5 El componente (b) puede contener, además, un componente (b-1) en una proporción del peso molecular promedio en peso con respecto al peso molecular promedio en peso del componente (a) (una proporción del peso molecular promedio en peso en términos de componente (b-1)/componente (a)) de 1,5 o más y de menos de 2,5. El componente (b-1) contenido tiende a proporcionar una composición de copolímero de bloques y una composición adhesiva que tiene excelentes características de adhesión viscosa, características de baja viscosidad en estado fundido y características de alto punto de reblandecimiento.

10 La proporción del peso molecular promedio en peso en términos de componente (b-1)/componente (a) es de 1,5 o más y de menos de 2,5, de manera preferente, de 1,6 o más y menos de 2,4, y de manera más preferente, de 1,7 o más y menos de 2,3. La proporción del peso molecular promedio en peso en términos de componente (b-1)/componente (a) en una curva de elución de CPG no está limitado, pero, de manera preferente, es 0 o más
15 composición adhesiva que tiene excelentes características de adhesión viscosa, características de baja viscosidad en estado fundido y características de alto punto de reblandecimiento.

20 En el caso de que el componente (b) contenga el componente (b-1), la proporción del área para el componente (b-1) en una curva de elución de CPG es, de manera preferente, 0,6 o menos, de manera más preferente, 0,4 o menos, de manera más preferente, 0,2 o menos, de manera aún más preferente, 0,1 o menos, y de la manera más preferente, 0,05 o menos, con respecto al área total para el componente (b). El límite inferior de la proporción del área para el componente (b-1) en una curva de elución de CPG no está limitado, pero, de manera preferente, es 0 o más y, de manera más preferente, 0,01 o más. La proporción del área para el componente (b-1) en una curva de elución de CPG en el intervalo tiende a proporcionar una composición de copolímero de bloques y composición adhesiva que tiene excelentes características de adhesión viscosa, características de baja viscosidad de fusión y características de alto punto de reblandecimiento.

30 La proporción del área para el componente (b-2) en una curva de elución de CPG es, de manera preferente, de 0,1 a 0,97, de manera más preferente, de 0,2 a 0,95, de manera más preferente, de 0,3 a 0,9, de manera aún más preferente, de 0,35 a 0,85, y de la manera más preferente, de 0,4 a 0,8, con respecto al área total para el componente (b). La proporción del área para el componente (b-2) en una curva de elución de CPG en el intervalo tiende a proporcionar una composición de copolímero de bloques y composición adhesiva que tiene excelentes características de adhesión viscosa, características de baja viscosidad de fusión y características de alto punto de reblandecimiento.

35 La proporción del área para el componente (b-3) en una curva de elución de CPG es, de manera preferente, de 0,03 a 0,9, de manera más preferente, de 0,05 a 0,8, de manera más preferente, de 0,1 a 0,7, de manera aún más preferente, de 0,15 a 0,65, y de la manera más preferente, de 0,2 a 0,6, con respecto al área total para el componente (b). La proporción del área para el componente (b-3) en una curva de elución de CPG en el intervalo
40 tiende a proporcionar una composición de copolímero de bloques y composición adhesiva que tiene excelentes características de adhesión viscosa, características de baja viscosidad de fusión y características de alto punto de reblandecimiento.

45 La proporción del peso molecular promedio en peso de cada uno del componente (b-1), el componente (b-2) y el componente (b-3) con respecto al peso molecular promedio en peso del componente (a), y la proporción del área para cada uno del componente (b-1), el componente (b-2) y el componente (b-3) en una curva de elución de CPG se puede controlar para que esté dentro del intervalo anterior en base a las condiciones para una reacción de acoplamiento, que se describirá más adelante, de manera específica, mediante el ajuste del tipo de acoplamiento, la cantidad de agente de acoplamiento que se añade, la temperatura y la duración. Por ejemplo, la proporción del peso molecular promedio en peso y la proporción del área en una curva de elución de CPG se pueden controlar mediante la selección de un compuesto que contiene cuatro grupos funcionales como agente de acoplamiento.

55 El peso molecular promedio en peso del copolímero de bloques como componente (b) es, de manera preferente, de 60.000 o superior y de 600.000 o inferior, de manera más preferente, de 60.000 o superior y 560.000 o inferior, de manera más preferente, de 60.000 o superior y 520.000 o inferior, de manera aún más preferente, de 60.000 o superior y 480.000 o inferior, de manera aún más preferente, de 70.000 o superior y 450.000 o inferior, de manera aún más preferente, de 80.000 o superior y 400.000 o inferior, de manera aún más preferente, de 80.000 o superior y 350.000 o inferior y de manera aún más preferente, de 100.000 o superior y 350.000 o inferior. El peso molecular promedio en peso del componente (b) en el intervalo tiende a proporcionar una composición de copolímero de bloques y una composición adhesiva que tienen una excelente fuerza de retención y características de alto punto de reblandecimiento. El peso molecular promedio en peso del componente (b) se puede determinar mediante la utilización de un procedimiento para la evaluación β descrito en los ejemplos.

60 La estructura del componente (b) no está limitada y el componente (b) puede consistir en un solo tipo de una unidad estructural o puede ser una mezcla de uno o más tipos de unidades estructurales. Entre los ejemplos de las mismas se incluyen $[(A-B)_n]_m$, $[(A-B)_n]_mX$, $[(B-A)_n]_mX$, $[(A-B)_nA]_mX$, y $[(B-A)_nB]_mX$ (en las que A representa un polímero de

bloque (A); B representa un bloque de polímero (B); X representa un residuo de un agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de polimerización; n es de 1 a 5; y m es de 2 a 8, de manera preferente, m es de 2 a 6 y, de manera más preferente, m es un número entero de 2 a 4). Entre éstos, es preferente para el componente (b-2) un copolímero de bloque trirramificado representado por la fórmula $(A-B)_3X$ (en lo sucesivo, denominado ocasionalmente "copolímero de bloques trifuncional"). Para el componente (b-3), es preferente un copolímero de bloques tetrarramificado representado por la fórmula $(A-B)_4X$ (en lo sucesivo, denominado ocasionalmente "copolímero de bloques tetrafuncional"). El copolímero de bloques trirramificado y el copolímero de bloques tetrarramificado contenidos tienden a proporcionar una composición de copolímero de bloques y una composición adhesiva que tiene excelentes características de adhesión viscosa, características de baja viscosidad de fusión y las características de alto punto de reblandecimiento.

La estructura del componente (b) puede contener, además, un copolímero de bloques dirramificados representado por la fórmula $(A-B)_2X$ (en lo sucesivo, denominado "copolímero de bloques bifuncional"), además de los copolímeros de fuerza representados por la fórmula $(A-B)_3X$ y la fórmula $(A-B)_4X$ desde el punto de vista de las características de fuerza de retención y alto punto de reblandecimiento. En este caso, el componente (b-1) se representa, de manera preferente, mediante la fórmula $(A-B)_2X$.

De manera más específica, es preferente que el componente (a) sea un copolímero de bloques representado por la fórmula $(A-B)$ y/o la fórmula $(A-B)X$ (en las que A representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de polimerización) y que el componente (b) sea un copolímero de bloques representado por la fórmula $(A-B)_3X$ y la fórmula $(A-B)_4X$ (en las que A representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización). Dichos componente (a) y componente (b) contenidos juntos tienden a mejorar el equilibrio entre las características de baja viscosidad en estado fundido y las características de adhesión viscosa y las características de alto punto de reblandecimiento.

Además, es preferente que el componente (a) sea un copolímero de bloques representado por la fórmula $(A-B)$ y/o la fórmula $(A-B)X$ (en la que A representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización) y que el componente (b) sea un copolímero de bloques representado por la fórmula $(A-B)_2X$, la fórmula $(A-B)_3X$ y la fórmula $(A-B)_4X$ (en la que A representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización). Dichos componente (a) y componente (b) contenidos juntos tienden a mejorar el equilibrio entre las características de baja viscosidad en estado fundido y las características de adhesión viscosa y las características de alto punto de reblandecimiento.

La presencia del componente (b-1), el componente (b-2) y el componente (b-3) contenidos como el componente (b) en la composición de copolímero de bloques se puede identificar a partir de diferentes posiciones de los picos en una curva de distribución de pesos moleculares en la cromatografía de permeación en gel (en lo sucesivo, también denominado "CPG") en condiciones predeterminadas mostradas a continuación. De manera específica, la identificación de un pico a un peso molecular promedio en peso 2,5 veces o más y menos de 3,4 veces, como máximo, el peso molecular promedio en peso del componente (a) (componente (b-2)), un pico a un peso molecular promedio en peso de 3,4 veces o más y menos de 4,5 veces, como máximo, el peso molecular promedio en peso del componente (a) (componente (b-3)) y un pico a un peso molecular promedio en peso de 1,5 veces o más y de menos de 2,5 veces, como máximo, el peso molecular promedio en peso del componente (a) (componente (b-1)) en un gráfico de CPG permite confirmar la presencia del componente (b-1), el componente (b-2) y el componente (b-3) contenidos en la composición de copolímero.

La proporción del área con respecto al área total para el componente (b) para cada uno del componente (b-1), el componente (b-2) y el componente (b-3) se puede determinar mediante la realización de medición de CPG con un aparato (sistema ACQUITY APC) y las condiciones que se describen más adelante en los ejemplos y, a continuación, la división vertical de la curva de CPG con respecto a la línea base en los puntos de inflexión entre los picos con un software de sistema que también se describe en los ejemplos. Aquí, se utilizó el punto más bajo en la dirección vertical (pico valle) entre picos adyacentes para un punto de inflexión entre los picos para los componentes (b-1), (b-2) y (b-3). En el caso de que el punto más bajo esté presente de forma continua, se utiliza el punto intermedio. Mediante la utilización de un software de división de las formas de onda predeterminadas, se realizó la división vertical en los puntos de inflexión descritos anteriormente y, posteriormente, se calcularon los pesos moleculares promedio en peso y las proporciones del área. La figura 3 muestra un gráfico dividido de forma vertical en los puntos de inflexión entre los picos de los componentes (b-1), (b-2) y (b-3).

El compuesto de hidrocarburo de vinilo aromático que constituye el bloque de polímero (A) en los componentes (a) y (b) no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen alquilestirenos, tales como estireno, α -metilestireno, p-metilestireno y p-terc-butilestireno; alcoxiestirenos, tales como p-metoxiestireno; y vinilnaftaleno. Entre éstos, es preferente el estireno para el hidrocarburo de vinilo aromático. Uno de los compuestos de hidrocarburo de vinilo aromático se puede utilizar individualmente o se pueden utilizar dos o más de los mismos en combinación.

5 El compuesto de dieno conjugado que constituye el bloque de polímero (B) en los componentes (a) y (b) no está limitado, siempre que el compuesto de dieno conjugado sea una diolefina que tiene un doble enlace conjugado, y entre los ejemplos del mismo se incluyen 1,3-butadieno, 2-metil-1,3-butadieno (isopreno), 2,3-dimetil-1,3-butadieno, 1,3-pentadieno y 1,3-hexadieno. Entre éstos, son preferentes el 1,3-butadieno y el isopreno para el compuesto de dieno conjugado. Uno de los compuestos de dieno conjugado se puede utilizar individualmente o se pueden utilizar dos o más de los mismos en combinación.

[Contenido del copolímero de bloques]

10 El contenido del componente (a) es del 50% en masa o más y del 90% en masa o menos en base a la cantidad total de la composición de copolímero de bloques, y el contenido del componente (b) es del 10% en masa o más y del 50% en masa o menos en base a la cantidad total de la composición de copolímero de bloques. El contenido de los componentes (a) y (b) en el intervalo proporciona una composición de copolímero de bloque y una composición adhesiva que tiene excelentes características de adhesión viscosa, características de baja viscosidad en estado fundido y características de alto punto de reblandecimiento.

20 Como una realización, son preferentes las composiciones de copolímero de bloques indicadas a continuación: una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) es del 60% en masa o más y del 90% en masa o menos, y el contenido del componente (b) es del 10% en masa o más y del 40% en masa o menos;

una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) es del 65% en masa o más y del 90% en masa o menos, y el contenido del componente (b) es del 10% en masa o más y del 35% en masa o menos;

25 una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) es del 70% en masa o más y del 90% en masa o menos, y el contenido del componente (b) es del 10% en masa o más y del 30% en masa o menos;

una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) es del 73% en masa o más y del 88% en masa o menos, y el contenido del componente (b) es del 12% en masa o más y del 27% en masa o menos;

30 una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) es del 75% en masa o más y del 85% en masa o menos, y el contenido del componente (b) es del 15% en masa o más y del 25% en masa o menos.

35 El contenido de los componentes (a) y (b) en cada uno de los intervalos anteriores tiende a proporcionar una composición adhesiva con características de baja viscosidad en estado fundido y capacidad de recubrimiento excelentes, y la composición adhesiva es adecuada para adhesivos viscosos para un producto de higiene, para los que se requiere, por ejemplo, un comportamiento de baja viscosidad debido a una temperatura de recubrimiento relativamente baja. Además, las composiciones adhesivas obtenidas cada una utilizando una composición de copolímero de bloques hidrogenada, en la que se ha hidrogenado una composición de copolímero de bloques que tiene uno de los intervalos de contenido anteriores, presentan una fuerza de retención, estabilidad térmica y control de olores a temperaturas más elevadas excelentes, y, por ejemplo, son adecuadas para una pieza para la cual se requiere una elevada fuerza cohesiva, tal como una pieza ajustadora a la cintura de un pañal desechable y procedimientos de producción que son propensos a requerir una retención prolongada de una composición adhesiva en un procesador/recubridor.

45 Como otro aspecto, son preferentes las composiciones de copolímero de bloques indicadas a continuación: una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) es del 50% en masa o más y menos del 70% en masa, y el contenido del componente (b) es de más del 30% en masa y del 50% en masa o menos;

50 una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) es del 53% en masa o más y del 68% en masa o menos, y el contenido del componente (b) es del 32% en masa o más y del 47% en masa o menos; y

55 una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) es del 55% en masa o más y del 65% en masa o menos, y el contenido del componente (b) es del 35% en masa o más y del 45% en masa o menos.

60 El contenido de los componentes (a) y (b) en cada uno de los intervalos anteriores tiende a proporcionar una composición adhesiva con un equilibrio excelente entre la pegajosidad y la fuerza de retención, y la composición adhesiva es adecuada, por ejemplo, para aplicaciones en cintas/etiquetas, para las cuales se requiere, relativamente, pegajosidad. Además, las composiciones adhesivas obtenidas cada una utilizando una composición de copolímero de bloques hidrogenada, en la que se ha hidrogenado una composición de copolímero de bloques que tiene uno de los intervalos de contenido anteriores, presentan una fuerza de retención, resistencia a la luz y control de olores a temperaturas más elevadas excelentes, y, por ejemplo, son adecuadas para aplicaciones con alta pegajosidad y aplicaciones en cintas/etiquetas, para las que se requiere, relativamente, una pegajosidad durante un largo período de tiempo.

65

[Contenido y peso molecular promedio en peso del copolímero de bloques]

Es preferente una composición de copolímero de bloques en la que el contenido del componente (a), que tiene un peso molecular promedio en peso de 30.000 o superior y 150.000 o inferior, sea del 50% en masa o más y del 90% en masa o menos, y el contenido del componente (b), que tiene un peso molecular promedio en peso de 60.000 o superior y de 600.000 o inferior, sea del 10% en masa o más y del 50% en masa o menos. El contenido y los pesos moleculares promedio en peso de los componentes (a) y (b) en el intervalo proporcionan una composición de copolímero de bloques y una composición adhesiva que tiene características de adhesión viscosa, características de baja viscosidad en estado fundido y características de alto punto de reblandecimiento excelentes.

Como un aspecto, son preferentes las composiciones de copolímero de bloques indicadas a continuación:

una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) que tiene un peso molecular promedio en peso de 30.000 o superior y de 140.000 o inferior es del 60% en masa o más y del 90% en masa o menos, y el contenido del componente (b) que tiene un peso molecular promedio en peso de 60.000 o superior y de 560.000 o inferior es del 10% en masa o más y del 40% en masa o menos;

una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) que tiene un peso molecular promedio en peso de 30.000 o superior y de 130.000 o inferior es del 65% en masa o más y del 90% en masa o menos, y el contenido del componente (b) que tiene un peso molecular promedio en peso de 60.000 o superior y de 520.000 o inferior es del 10% en masa o más y del 35% en masa o menos;

una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) que tiene un peso molecular promedio en peso de 35.000 o superior y de 120.000 o inferior es del 70% en masa o más y del 90% en masa o menos, y el contenido del componente (b) que tiene un peso molecular promedio en peso de 60.000 o superior y de 480.000 o inferior es del 10% en masa o más y del 30% en masa o menos;

una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) que tiene un peso molecular promedio en peso de 40.000 o superior y de 120.000 o inferior es del 70% en masa o más y del 90% en masa o menos, y el contenido del componente (b) que tiene un peso molecular promedio en peso de 70.000 o superior y de 450.000 o inferior es del 10% en masa o más y del 30% en masa o menos;

una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) que tiene un peso molecular promedio en peso de 40.000 o superior y de 100.000 o inferior es del 73% en masa o más y del 88% en masa o menos, y el contenido del componente (b) que tiene un peso molecular promedio en peso de 80.000 o superior y de 400.000 o inferior es del 12% en masa o más y del 27% en masa o menos;

una composición de copolímero de bloques en la que el contenido del componente (a) que tiene un peso molecular promedio en peso de 40.000 o superior y de 80.000 o inferior es del 75% en masa o más y del 85% en masa o menos, y el contenido del componente (b) que tiene un peso molecular promedio en peso de 100.000 o superior y de 350.000 o inferior es del 15% en masa o más y del 25% en masa o menos; y

una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) que tiene un peso molecular promedio en peso de 40.000 o superior y de 70.000 o inferior es del 75% en masa o más y del 85% en masa o menos, y el contenido del componente (b) que tiene un peso molecular promedio en peso de 100.000 o superior y de 300.000 o inferior es del 15% en masa o más y del 25% en masa o menos.

El peso molecular promedio en peso y el contenido de los copolímeros de bloques en cada uno de los intervalos anteriores tienden a proporcionar una composición adhesiva con características de baja viscosidad en estado fundido y capacidad de recubrimiento excelentes, y la composición adhesiva es adecuada para adhesivos viscosos para un producto de higiene, para el que se requiere, por ejemplo, un comportamiento de baja viscosidad debido a una temperatura de recubrimiento relativamente baja. Además, las composiciones adhesivas obtenidas cada una utilizando una composición de copolímero de bloques hidrogenada, en la que se ha hidrogenado una composición de copolímero de bloques que tiene uno de los intervalos de contenido y peso molecular promedio en peso anteriores, presentan una fuerza de retención, estabilidad térmica y control de olores a temperaturas más elevadas excelentes, y, por ejemplo, son adecuadas para una pieza para la cual se requiere una elevada fuerza cohesiva, tal como una pieza ajustadora a la cintura de un pañal desechable y procedimientos de producción que son propensos a requerir una retención prolongada de una composición adhesiva en un procesador/recubridor.

Como otro aspecto, son preferentes las composiciones de copolímeros de bloques indicados a continuación:

una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) que tiene un peso molecular promedio en peso de 60.000 o superior y de 120.000 o inferior es del 50% en masa o más y del 70% en masa o menos, y el contenido del componente (b) que tiene un peso molecular promedio en peso de 100.000 o superior y de 350.000 o inferior es del 30% en masa o más y del 50% en masa o menos;

una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) que tiene un peso molecular promedio en peso de 60.000 o superior y de 120.000 o inferior es del 53% en masa o más y del 68% en masa o menos, y el contenido del componente (b) que tiene un peso molecular promedio en peso de 200.000 o superior y de 350.000 o inferior es del 32% en masa o más y del 47% en masa o menos; y

una composición de copolímero de bloques, en la que el contenido del componente (a) que tiene un peso molecular promedio en peso de 60.000 o superior y de 120.000 o inferior es del 53% en masa o más y del 68% en masa o menos, y el contenido del componente (b) que tiene un peso molecular promedio en peso de 250.000 o superior y de 350.000 o inferior es del 32% en masa o más y del 47% en masa o menos.

El peso molecular promedio en peso y el contenido de los copolímeros de bloques en cada uno de los intervalos anteriores tienden a proporcionar una composición adhesiva con un equilibrio excelente entre la pegajosidad y la fuerza de retención, y la composición adhesiva es adecuada, por ejemplo, para aplicaciones en cintas/etiquetas, para las cuales se requiere, relativamente, pegajosidad. Además, las composiciones adhesivas obtenidas cada una utilizando una composición de copolímero de bloques hidrogenada, en la que se ha hidrogenado una composición de copolímero de bloques que tiene uno de los intervalos de contenido y peso molecular promedio en peso anteriores, presentan una fuerza de retención, resistencia a la luz y control de olores a temperaturas más elevadas excelentes, y, por ejemplo, son adecuadas para aplicaciones con alta pegajosidad y aplicaciones en cintas/etiquetas, para las que se requiere, relativamente, una pegajosidad durante un largo período de tiempo.

[Contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático]

El contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático en el componente (a) y el componente (b) es del 10% al 50% en masa en base a la cantidad total del componente (a) y el componente (b). El contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático en el intervalo proporciona una composición adhesiva que tiene un comportamiento de la pegajosidad excelente.

Como un aspecto, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático en el componente (a) y el componente (b) es, de manera preferente, del 15% al 45% en masa y, de manera más preferente, del 20% al 40% en masa, en base a la cantidad total del componente (a) y el componente (b). El contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático en el intervalo tiende a permitir que una composición adhesiva muestre características de fuerza de retención y de punto de reblandecimiento excelentes en una región de baja viscosidad en estado fundido, y la composición adhesiva es adecuada para adhesivos viscosos para un producto de higiene, para el que se requiere, por ejemplo, un comportamiento de baja viscosidad y fuerza de retención debido a una temperatura de recubrimiento relativamente baja. Además, las composiciones adhesivas obtenidas cada una utilizando una composición de copolímero de bloques hidrogenada, en la que se ha hidrogenado una composición de copolímero de bloques que tiene uno de los intervalos de contenido anteriores, presentan una fuerza de retención, estabilidad térmica y control de olores a temperaturas más elevadas excelentes, y, por ejemplo, son adecuadas para una pieza para la cual se requiere una elevada fuerza cohesiva, tal como una pieza ajustadora a la cintura de un pañal desechable y procedimientos de producción que son propensos a requerir una retención prolongada de una composición adhesiva en un procesador/recubridor.

Como otro aspecto, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático en el componente (a) y el componente (b) es, de manera preferente, del 11% al 40% en masa y, de manera más preferente, del 12% al 35% en masa, en base a la cantidad total del componente (a) y el componente (b). El contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático en el intervalo tiende a proporcionar una composición adhesiva que presenta una pegajosidad excelente, y la composición adhesiva es adecuada, por ejemplo, para aplicaciones en cintas/etiquetas, para las que se requiere, relativamente, pegajosidad.

El contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático en el copolímero de bloques se puede medir mediante la utilización de un procedimiento descrito más adelante en los ejemplos.

[Viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa]

La viscosidad en una solución en tolueno al 15% en masa de la composición de copolímero de bloques, según las presentes realizaciones, es, como un aspecto, de manera preferente, de 10 mPa·s a 90 mPa·s, de manera más preferente, de 15 mPa·s a 80 mPa·s y, de manera más preferente, de 20 mPa·s a 70 mPa·s. La viscosidad en una solución en tolueno al 15% en masa en el intervalo tiende a proporcionar una composición adhesiva que tiene características de fusión, capacidad de recubrimiento y estabilidad de descarga excelentes y una piel superficial excelente, y la composición adhesiva es adecuada para adhesivos viscosos para un producto de higiene, para el que se requiere, por ejemplo, un comportamiento de baja viscosidad debido a una temperatura de recubrimiento relativamente baja. Además, una composición adhesiva obtenida utilizando una composición de copolímero de bloques hidrogenada, en la que se ha hidrogenado una composición de copolímero de bloques que tiene el intervalo anterior de viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa, presenta una fuerza de retención, estabilidad térmica y control de olores a temperaturas más elevadas excelentes, y, por ejemplo, es adecuada para una pieza para la cual se requiere una elevada fuerza cohesiva, tal como una pieza ajustadora a la cintura de un pañal desechable y procedimientos de producción que son propensos a requerir una retención prolongada de una composición adhesiva en un procesador/recubridor.

Como otro aspecto, la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa de la composición de copolímero de bloques, según las presentes realizaciones, es, de manera preferente, mayor que 90 mPa·s y 600 mPa·s o inferior, de manera más preferente, de 100 mPa·s a 500 mPa·s, de manera más preferente, de 110 mPa·s a 400 mPa·s y, de manera aún más preferente, de 120 mPa·s a 350 mPa·s. La viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa en el intervalo tiende a proporcionar una composición adhesiva con un equilibrio excelente entre la pegajosidad y la fuerza de retención, y la composición adhesiva es adecuada, por ejemplo, para aplicaciones en cintas/etiquetas, para las cuales se requiere, relativamente, pegajosidad. Además, una composición adhesiva obtenida utilizando una

composición de copolímero de bloques hidrogenada, en la que se ha hidrogenado una composición de copolímero de bloques que tiene el intervalo anterior de viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa, presenta una fuerza de retención, resistencia a la luz y control de olores a temperaturas más elevadas excelentes, y, por ejemplo, son adecuadas para aplicaciones con alta pegajosidad y aplicaciones en cintas/etiquetas, para las que se requiere, relativamente, una pegajosidad durante un largo período de tiempo.

[Contenido de enlace de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado]

En el caso de utilizar una composición de copolímero de bloques no hidrogenada para el componente (a) y/o el componente (b), el contenido de enlace de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado en el componente (a) y el componente (b) es, de manera preferente, menor que el 20% en masa, de manera más preferente, menor que el 18% en masa y, de manera aún más preferente, menor que el 15% en masa, en base a la cantidad total de la unidad de monómero de dieno conjugado en el componente (a) y el componente (b). En el caso de utilizar una composición de copolímero de bloques no hidrogenada, el contenido de enlace de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado de menos del 20% en masa tiende a proporcionar características excelentes de estabilidad térmica y resistencia a la intemperie.

En el caso de utilizar una composición de copolímero de bloques hidrogenada para el componente (a) y/o el componente (b), el contenido de enlace de vinilo antes de la hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado en el componente (a) y el componente (b) es, de manera preferente, del 20% en masa o más y del 90% en masa o menos, de manera más preferente, del 25% en masa o más y del 80% en masa o menos y, de manera aún más preferente, del 30% en masa o más y del 70% en masa o menos, en base a la cantidad total de la unidad de monómero de dieno conjugado en el componente (a) y el componente (b). En el caso de utilizar una composición de copolímero de bloques hidrogenada, el contenido de enlace de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado del 20% en masa o más y del 90% en masa o menos tiende a proporcionar unas características excelentes en características de fusión, capacidad de recubrimiento, pegajosidad y fuerza pegajosidad .

En el presente documento, un contenido de enlace de vinilo se refiere a un porcentaje, antes de la hidrogenación, de la masa total de una unidad de monómero de dieno conjugado incorporada en una forma de unión de enlace 1,2 y enlace 3,4 en base a la masa total de una unidad de monómero de dieno conjugado incorporada en una forma de unión de enlace 1,2, enlace 3,4 y enlace 1,4.

Cabe indicar que el porcentaje, después de la hidrogenación, de la masa total de una unidad de monómero de dieno conjugado incorporada en una forma de unión de enlace 1,2 no hidrogenado, enlace 1,2 hidrogenado, enlace 3,4 no hidrogenado y enlace 3,4 hidrogenado en base a la masa total de una unidad de monómero de dieno conjugado incorporada en una forma de unión de enlace 1,2 no hidrogenado, enlace 1,2 hidrogenado, enlace 3,4 no hidrogenado, enlace 3,4 hidrogenado, enlace 1,4 no hidrogenado y enlace 1,4 hidrogenado es igual al contenido de enlace de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado antes de la hidrogenación. Por lo tanto, el contenido de enlace de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado antes de la hidrogenación se puede medir en un análisis de espectro de resonancia magnética nuclear (RMN) del copolímero de bloque después de la hidrogenación y, de manera específica, se puede medir mediante la utilización de un procedimiento descrito más adelante en los ejemplos.

Para ajustar el contenido de enlace de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado en la composición de copolímero de bloques, se pueden utilizar, por ejemplo, éteres o aminas terciarias. De manera específica se utiliza uno seleccionado entre éter dimetilíco de etilenglicol, tetrahidrofurano, α -metoxitetrahidrofurano, N,N,N',N'-tetrametiletildiamina y similares, o una mezcla de dos o más de los mismos. Es preferente cargarlos en un disolvente de polimerización por adelantado antes de cargar un monómero de dieno conjugado.

[Proporción de la hidrogenación]

Como una realización, la proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado en los componentes (a) y (b) es, de manera preferente, del 20% en masa al 70% en masa, de manera más preferente, del 25% en masa al 65% en masa, de manera aún más preferente, del 30% en masa al 60% en masa y, de manera aún más preferente, del 35% en masa al 55% en masa, en base a la cantidad total de la unidad de monómero de dieno conjugado en los componentes (a) y (b). La proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado en el intervalo tiende a mejorar las características de adhesión viscosa, las características de fusión, la capacidad de recubrimiento y las características de alto punto de reblandecimiento, así como la fuerza de retención y la estabilidad térmica a temperaturas más elevadas.

Como otra realización, la proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado en los componentes (a) y (b) es, de manera preferente, de más del 70% en masa, de manera más preferente, del 75% en masa o más y, de manera aún más preferente, del 80% en masa o más, en base a la cantidad total de la unidad de monómero de dieno conjugado en los componentes (a) y (b). El límite superior de la proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado en esta realización no está limitado, pero, de manera preferente, es del 100% en masa o menos. La proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado en el

intervalo tiende a mejorar la estabilidad térmica.

Como una realización adicional, la proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado en los componentes (a) y (b) es, de manera preferente, menor que el 20% en masa, de manera más preferente, del 10% en masa o menos, de manera más preferente, del 5% en masa o menos y, de manera particularmente preferente, del 0% en masa, es decir, no está hidrogenada, en base a la cantidad total de la unidad de monómero de dieno conjugado en los componentes (a) y (b). La proporción de hidrogenación en el intervalo tiende a hacer que las características de baja viscosidad en estado fundido sean excelentes y mejora las características de fusión y capacidad de recubrimiento.

El porcentaje de doble enlace hidrogenado en la unidad de monómero de dieno conjugado en el copolímero de bloques se puede medir mediante la utilización de un procedimiento descrito más adelante en los ejemplos.

En el caso de que la composición de copolímero de bloques, según la presente invención, haya sido hidrogenada, el valor del contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático está casi inalterado antes y después de la hidrogenación y, de este modo, se utiliza el valor antes de la hidrogenación para el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático. La viscosidad en una solución de tolueno al 15% es el valor después de la hidrogenación.

[Procedimiento para la fabricación de una composición de copolímero de bloques]

(Reacción de polimerización y reacción de acoplamiento)

Entre los ejemplos de un procedimiento para la fabricación de la composición de copolímero de bloques, según las presentes realizaciones, se incluyen un procedimiento que incluye: una etapa de polimerización, que incluye la copolimerización de un compuesto de hidrocarburo de vinilo aromático, tal como estireno, y un compuesto de dieno conjugado, tal como butadieno, en un disolvente de hidrocarburo inerte con un compuesto orgánico de litio como iniciador de la polimerización para obtener un copolímero de bloques; y una etapa de acoplamiento que incluye hacer reaccionar el copolímero de bloques obtenido con un agente de acoplamiento para obtener el componente (a) y el componente (b). En este caso, el copolímero de bloques acoplado es el componente (b) y el copolímero de bloques no acoplado es el componente (a), por ejemplo. En este punto, el control de la cantidad de agente de acoplamiento que se añade en esta reacción de acoplamiento permite ajustar el contenido del componente (a) y el componente (b) en los intervalos predeterminados anteriores.

De manera alternativa, la composición de copolímero de bloques se puede obtener mediante la utilización de un procedimiento en el que los componentes (a) y (b) se polimerizan por separado de antemano y se mezclan a continuación.

El peso molecular promedio en peso de cada uno de los componentes (a) y (b) se puede ajustar mediante el control de la cantidad de iniciador, tal como un compuesto orgánico de litio. Después de la terminación de la reacción de polimerización, se lleva a cabo una reacción de acoplamiento y las especies activas se desactivan mediante la adición de agua, un alcohol, un ácido o similares; y el disolvente de polimerización se separa mediante la realización, por ejemplo, de una destilación por arrastre con vapor; y, a continuación, los componentes (a) y (b) se pueden obtener por secado del producto resultante.

El procedimiento para la polimerización de los copolímeros de bloques como los componentes (a) y (b) no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen la polimerización de coordinación, la polimerización aniónica y la polimerización catiónica. Entre éstas, es preferente la polimerización aniónica desde el punto de vista de la facilidad en el control de la estructura.

Para el procedimiento para la fabricación de los componentes del copolímero de bloques a través de la polimerización aniónica se pueden utilizar procedimientos conocidos sin limitación alguna, y entre los ejemplos de los mismos se incluyen procedimientos descritos en la publicación de patente japonesa No. 36-19286, la publicación de patente japonesa No. 43-17979, la publicación de patente japonesa No. 46-32415, la publicación de patente japonesa No. 49-36975, la publicación de patente japonesa No. 48-2423, la publicación de patente japonesa No. 48-4106, la publicación de patente japonesa No. 56-28925, la patente japonesa abierta a inspección pública No. 59-166518 y la patente japonesa abierta a inspección pública No. 60-186577.

El disolvente de hidrocarburo inerte a utilizar en la etapa de polimerización de los componentes (a) y (b) no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen disolventes de hidrocarburo de un hidrocarburo alifático, tal como butano, pentano, hexano, isopentano, heptano, octano e isooctano; un hidrocarburo alicíclico, tal como ciclopentano, metilciclopentano, ciclohexano, metilciclohexano y etilciclohexano; y un hidrocarburo aromático, tal como benceno, tolueno, etilbenceno y xileno. Uno de ellos se puede utilizar de forma individual o dos o más de los mismos se pueden utilizar en una mezcla.

El compuesto orgánico de litio a utilizar para un iniciador de la polimerización en la etapa de polimerización de los

componentes (a) y (b) no está limitado y se pueden utilizar compuestos conocidos. Entre los ejemplos de los mismos se incluyen etil litio, propil litio, n-butil litio, sec-butil litio, terc-butil litio, fenil litio, propenil litio y hexil litio. En particular, son preferentes el n-butil litio y el sec-butil litio. Uno de los compuestos orgánicos de litio se puede utilizar de forma individual o se puede utilizar una mezcla de dos o más de los mismos.

5 Al utilizar el procedimiento descrito anteriormente, los componentes (a) y (b) se pueden obtener cada uno como un copolímero de bloques representado por cualquiera de las fórmulas siguientes:

$(A-B)_n$, $(A-B)_nX$, $(A-B)_nA$, $[(A-B)_n]_m$, $(A-B)_nAX$, $(B-A)_nX$, $(B-A)_nB$, $(B-A)_nBX[(A-B)_n]_mX$, $[(B-A)_n]_mX$, $[(A-B)_nA]_mX$, $[(B-A)_nB]_mX$

10 (en las que, A representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); X representa un residuo de un agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización; n es un número entero de 1 o más y, de manera preferente, un número entero de 1 a 5; y m es de 2 a 8, de manera preferente, de 2 a 6 y, de manera más preferente, un número entero de 2 a 4).

15 Entre éstas, es preferente fabricar un copolímero de bloques (a): fórmula $(A-B)$ y un copolímero de bloques multiramificado (b): fórmula $(A-B)_mX$ a través de la reacción de acoplamiento anterior.

Para el agente de acoplamiento para obtener un copolímero de bloques multiramificado se pueden utilizar agentes de acoplamiento conocidos.

20 El agente de acoplamiento bifuncional no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen silanos halogenados bifuncionales, tales como diclorosilano, monometildiclorosilano y dimetildiclorosilano; alcoxisilanos bifuncionales, tales como difenildimetoxisilano, difenildietoxisilano, dimetildimetoxisilano y dimetildietoxisilano; alcanos halogenados bifuncionales, tales como dicloroetano, dibromoetano, cloruro de metileno y dibromometano; estaños halogenados bifuncionales, tales como dicloroestaño, monometildicloroestaño, dimetildicloroestaño, monoetildicloroestaño, dietildicloroestaño, monobutildicloroestaño y dibutildicloroestaño; dibromobenceno, ácido benzoico, CO y 2-cloropropeno.

30 El agente de acoplamiento trifuncional no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen alcanos halogenados trifuncionales, tales como tricloroetano y tricloropropano; silanos halogenados trifuncionales, tales como metiltriclorosilano y etiltriclorosilano; y alcoxisilanos trifuncionales, tales como metiltrimetoxisilano, feniltrimetoxisilano y feniltrietoxisilano.

35 El agente de acoplamiento tetrafuncional no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen alcanos halogenados tetrafuncionales, tales como tetracloruro de carbono, tetrabromuro de carbono y tetracloroetano; silanos halogenados tetrafuncionales, tales como tetraclorosilano y tetrabromosilano; alcoxisilanos tetrafuncionales, tales como tetrametoxisilano y tetraetoxisilano; y compuestos de estaño tetrafuncionales, tales como tetracloroestaño, tetrabromoestaño y tetrabutilestaño.

40 El agente de acoplamiento con 5 o más funcionalidades no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen 1,1,1,2,2-pentacloroetano, percloroetano, pentaclorobenceno, perclorobenceno, octabromodifenil éter y decabromodifenil éter. Además, se pueden utilizar aceites de soja epoxidados, compuestos que contienen grupos epoxi de difuncionales a hexafuncionales, carboxilatos y compuestos de polivinilo, tales como divinilbenceno. Uno de los agentes de acoplamiento se puede utilizar de forma individual o se pueden utilizar dos o más de los mismos combinados.

Entre los compuestos anteriores, son particularmente preferentes el tetrametoxisilano y el tetraetoxisilano.

50 Las proporciones del área para el componente (b-1), el componente (b-2) y el componente (b-3) en el componente (b) en una curva de elución de CPG se pueden controlar en base a la cantidad de agente de acoplamiento que se añade, la temperatura y la duración en la reacción de acoplamiento, tal como se ha descrito anteriormente. De manera específica, entre los ejemplos del procedimiento para el ajuste en el caso de que el agente de acoplamiento sea un compuesto de alcoxisilano se incluyen un procedimiento en el que la duración desde el momento en el que la temperatura de reacción alcanza la temperatura máxima hasta el momento en el que se añade el agente de acoplamiento se ajusta a de 1 a 30 minutos, la duración de la reacción para el agente de acoplamiento se ajusta a de 1 a 60 minutos, la temperatura de reacción se ajusta a de 55°C a 100°C y la cantidad de agente de acoplamiento a añadir se ajusta a de 0,025 a 0,30 en proporción molar con respecto a la cantidad total molar del iniciador de la polimerización. Entre los ejemplos del procedimiento para el ajuste en el caso de que el agente de acoplamiento sea un compuesto distinto de los compuestos de alcoxisilano se incluyen un procedimiento en el que la duración desde el momento en el que la temperatura de reacción alcanza la temperatura máxima hasta el momento en el que se añade el agente de acoplamiento se ajusta a de 1 a 30 minutos, la duración de la reacción para el agente de acoplamiento se ajusta a de 1 a 35 minutos, la temperatura de reacción se ajusta a de 50°C a 95°C y la cantidad del agente de acoplamiento a añadir se ajusta a de 0,025 a 0,20 en una proporción molar con respecto a la cantidad total molar del iniciador de la polimerización.

65 Además, se puede añadir un desactivador en el transcurso de la polimerización del componente (a) como

copolímero de bloques. En este caso, se genera un componente (a)' con un peso molecular relativamente bajo. De manera específica, después de la polimerización de la unidad de monómero de vinilo aromático, se puede añadir un desactivador en un momento arbitrario durante la polimerización de la unidad de monómero de dieno conjugado en una cantidad para desactiva el 50% en masa o menos de la unidad de monómero de dieno conjugado, sin desactivar por completo, para generar un copolímero de dibloque (a)' representado por la fórmula general (A-B') (en la que B' representa un bloque de polímero (B) obtenido mediante la desactivación durante la polimerización). El contenido del copolímero de dibloque representado por la fórmula general (A-B') es, de manera preferente, del 20% en masa o menos, de manera más preferente, del 15% en masa o menos y, de manera aún más preferente, del 10% en masa o menos, en base a la cantidad total de la composición de copolímero de bloques. El copolímero de dibloque (a)' representado por la fórmula general (A-B') contenido tiende a reducir adicionalmente la viscosidad en estado fundido. Además, el copolímero de dibloque (a)' tiende a mejorar la fuerza de pegajosidad y la fuerza de retención debido al gran contenido del bloque de polímero (A).

(Reacción de hidrogenación)

En el caso de que se hidrogenen una parte o la totalidad de los dobles enlaces insaturados derivados del compuesto de dieno conjugado en el componente (a) y el componente (b), el procedimiento para la hidrogenación no está limitado y la hidrogenación se puede realizar mediante la utilización de un procedimiento conocido con un catalizador de hidrogenación.

El catalizador de hidrogenación no está limitado y se pueden utilizar catalizadores conocidos. Entre los ejemplos del catalizador de hidrogenación que se utiliza se incluyen catalizadores de hidrogenación heterogéneos soportados en los que se soporta un metal, tal como Ni, Pt, Pd y Ru, sobre carbono, sílice, alúmina, tierra de diatomeas o similares; a los que se denomina catalizadores de hidrogenación de tipo Ziegler con una sal de metal de transición, tal como una sal orgánica o una sal de acetilacetona de Ni, Co, Fe, Cr o similares, y un reductor, tal como aluminio orgánico; catalizadores de hidrogenación homogéneos, tales como los que se denomina un complejo organometálico, tal como un compuesto organometálico de Ti, Ru, Rh, Zr o similares.

De manera específica, se pueden utilizar catalizadores de hidrogenación descritos en la publicación de patente japonesa No. 42-8704, la publicación de patente japonesa No. 43-6636, la publicación de patente japonesa No. 63-4841, la publicación de patente japonesa No. 1-37970, la publicación de patente japonesa No. 1-53851 y la publicación de patente japonesa No. 2-9041.

Entre éstos, entre los ejemplos adecuados del catalizador de hidrogenación se incluyen compuestos de titanoceno, compuestos organometálicos reductores y mezclas de los mismos.

El compuesto de titanoceno no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen compuestos descritos en la patente japonesa abierta a inspección pública No. 8-109219. Entre los ejemplos específicos de los mismos se incluyen compuestos que tienen, como mínimo, uno o más ligandos con un esqueleto de ciclopentadienilo (sustituido), tales como dicloruro de bispentadieniltitanio y tricloruro de monopentametilciclopentadieniltitanio, un esqueleto de indenilo o un esqueleto de fluorenilo.

El compuesto organometálico reductor no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen compuestos orgánicos de metales alcalinos, tales como compuestos orgánicos de litio, compuestos orgánicos de magnesio, compuestos orgánicos de aluminio, compuestos orgánicos de boro y compuestos orgánicos de zinc.

La temperatura de reacción de la hidrogenación es, de manera preferente, de 0°C a 200°C y, de manera más preferente, de 30°C a 150°C. La presión del hidrógeno a utilizar en la reacción de hidrogenación es, de manera preferente, de 0,1 MPa a 15 MPa, de manera más preferente, de 0,2 MPa a 10 MPa y, de manera aún más preferente, de 0,3 MPa a 5 MPa. La duración de la reacción de hidrogenación es, de manera preferente, de 3 minutos a 10 horas y, de manera más preferente, de 10 minutos a 5 horas.

La reacción de hidrogenación se puede realizar en cualquiera entre un procedimiento discontinuo, un procedimiento continuo y una combinación de los mismos.

La composición de copolímero de bloques se puede obtener mediante la eliminación del residuo de catalizador y la separación del disolvente de la solución de copolímero de bloques resultante de la reacción de hidrogenación, según sea necesario. El procedimiento para separar el disolvente no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen un procedimiento en el que se añade un disolvente polar, que sirve como un mal disolvente para el copolímero de bloques hidrogenado, tal como acetona y un alcohol, a la solución de reacción después de la hidrogenación para precipitar el polímero para la recuperación; un procedimiento en el que la solución de reacción después de la hidrogenación se carga en agua caliente con agitación y el disolvente se elimina mediante la utilización de destilación por arrastre con vapor para la recuperación; y un procedimiento en el que la solución de reacción después de la hidrogenación se calienta para separar por destilación el disolvente.

La cantidad (% en masa) del bloque de polímero (A) en base a la cantidad total (100% en masa) de la unidad de

monómero de vinilo aromático utilizada para la polimerización de los copolímeros de bloques, es decir, el porcentaje de bloques, es, de manera preferente, del 90 % en masa o más, de manera más preferente, del 95% en masa o más y, de manera aún más preferente, del 97% en masa o más. El porcentaje de bloques en el intervalo tiende a proporcionar una composición de copolímero de bloques con características de acabado excelentes, y una composición adhesiva que contiene la composición de copolímero de bloques tiende a tener una fuerza de pegajosidad y una fuerza de retención excelentes.

La cantidad del bloque de polímero del monómero de vinilo aromático se puede calcular de la siguiente manera: el copolímero de bloques se disuelve en cloroformo y se añade al mismo una solución de ácido ósmico/hidroperóxido de terc-butilo para romper los dobles enlaces en el componente de butadieno; a continuación, se añade metanol a la misma, el producto resultante se filtra y el residuo se disuelve en cloroformo; y el contenido de estireno en el bloque se calcula a partir de la intensidad del pico (longitud de onda de absorción: 262 nm) de la solución obtenida con un espectrofotómetro de ultravioleta.

Se puede utilizar una etapa de desmineralización de metales derivados del iniciador de polimerización o similares, según sea necesario, en el procedimiento para la fabricación de la composición de copolímero de bloques, según las presentes realizaciones. Además, se puede utilizar una etapa de adición de un antioxidante, un neutralizador, un surfactante o similares, según sea necesario, en el procedimiento para la fabricación de la composición de copolímero de bloques, según las presentes realizaciones.

El antioxidante no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen compuestos de fenol impedidos estéricamente, compuestos de fósforo y compuestos de azufre, tal como se describe más adelante.

El neutralizador no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen diversas sales metálicas de ácido esteárico, hidrotalcita y ácido benzoico.

El surfactante no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen surfactantes aniónicos, surfactantes no iónicos y surfactantes catiónicos. El surfactante aniónico no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen sales de ácidos grasos, sulfatos de alquilo y sulfonatos de alquilarilo. El surfactante no iónico no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen polioxietilen alquil éteres y polioxietilen alquilaril éteres. El agente surfactante catiónico no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen sales de alquilamina y sales de amonio cuaternario.

La composición de copolímero de bloques, según las presentes realizaciones, que se pueden fabricar, tal como se ha descrito anteriormente, puede contener lo que se denomina un copolímero de bloques modificado, en el que un grupo funcional que contiene un grupo polar que contiene un átomo seleccionado entre nitrógeno, oxígeno, silicio, fósforo, azufre y estaño se une al copolímero de bloques, o un copolímero de bloques modificado, el componente de copolímero de bloques del cual ha sido modificado con un agente modificador, tal como anhídrido maleico. Dicho copolímero de bloques modificado se puede obtener mediante la realización de una reacción de modificación conocida para los componentes (a) y (b).

El procedimiento para proporcionar estos grupos funcionales no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen un procedimiento en el que se añade un grupo funcional a un polímero mediante la utilización de un compuesto que tiene un grupo funcional para un iniciador, un monómero, un agente de acoplamiento o un terminador.

Para el iniciador que tiene un grupo funcional son preferentes iniciadores que contienen un grupo con N y entre los ejemplos de los mismos se incluyen diocilamino litio, di-2-etilhexilamino litio, etilbencilamino litio, (3-(dibutilamino)-propil) litio y piperidino litio.

Entre los ejemplos del monómero que tienen un grupo funcional se incluyen compuestos en los que un grupo hidroxilo, un grupo anhídrido de ácido, un grupo epoxi, un grupo amino, un grupo amida, un grupo silanol o un grupo alcoxisilano está contenido en el monómero descrito anteriormente a utilizar para la polimerización. Entre éstos, son preferentes los monómeros que contienen un grupo con N y entre los ejemplos de los mismos se incluyen N,N-dimetilvinilbencilamina, N,N-dietilvinilbencilamina, N,N-dipropilvinilbencilamina, N,N-dibutilvinilbencilamina, N,N-difenilvinilbencilamina, 2-dimetilaminoetilestireno, 2-dietilaminoetilestireno, 2-bis(trimetilsilil)aminoetilestireno, 1-(4-N,N-dimetilaminofenil)-1-feniletileno, N,N-dimetil-2-(4-vinilbenciloxi)etilamina, 4-(2-pirrolidinoetil)estireno, 4-(2-piperidinoetil)estireno, 4-(2-hexametileniminoetil)estireno, 4-(2-morfolinoetil)estireno, 4-(2-tiazinoetil)estireno, 4-(2-N-metilpiperazinoetil)estireno, 1-((4-vinilfenoxi)metil)pirrolidina y 1-(4-vinilbenciloximetil)pirrolidina.

Entre los ejemplos del agente de acoplamiento y el terminador que tiene un grupo funcional se incluyen compuestos en los que un grupo hidroxilo, un grupo anhídrido de ácido, un grupo epoxi, un grupo amino, un grupo amida, un grupo silanol o un grupo alcoxisilano está contenido en el agente de acoplamiento descrito anteriormente. Entre éstos, son preferentes los agentes de acoplamiento que contienen un grupo con N o un grupo con O, y entre los ejemplos de los mismos se incluyen tetraglicidil m-xilendiamina, tetraglicidil-1,3-bisaminometilciclohexano, tetraglicidil-p-fenilendiamina, tetraglicidil diaminodifenilmetano, diglicidilaminilina, γ -caprolactona,

γ -glicidoxietiltrimetoxisilano, γ -glicidoxipropiltrimetoxisilano, γ -glicidoxipropiltrifenoxisilano, γ -glicidoxipropilmetildimetoxisilano, γ -glicidoxipropildietiletoxosilano, 1,3-dimetil-2-imidazolidinona, 1,3-dietil-2-imidazolidinona, N,N'-dimetilpropilenurea y N-metilpirrolidona.

5 Después de fabricar los copolímeros de bloques como los componentes (a) y (b) que constituyen el copolímero de bloques, según las presentes realizaciones, tal como se ha descrito anteriormente, los copolímeros de bloques se aíslan, es decir, se terminan mediante la utilización de un procedimiento descrito más adelante.

10 En el caso de que la etapa de polimerización de los componentes (a) y (b) se haya realizado en un disolvente de hidrocarburo inerte, se elimina el disolvente de hidrocarburo inerte para aislar los polímeros de bloque. Entre los ejemplos específicos del procedimiento para eliminar el disolvente se incluyen la destilación por arrastre con vapor. Se obtiene un gránulo hidratado mediante la utilización de la destilación por arrastre con vapor y el gránulo hidratado se seca para obtener los copolímeros de bloques.

15 En la destilación por arrastre con vapor, es preferente utilizar un surfactante como agente formador de gránulos. El surfactante no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen los surfactantes aniónicos, surfactantes catiónicos y surfactantes no iónicos descritos anteriormente. Estos surfactantes se pueden añadir habitualmente en una cantidad de 0,1 ppm a 3.000 ppm con respecto al agua en la zona de extracción. Además, se puede utilizar una sal soluble en agua de un metal, tal como Li, Na, Mg, Ca, Al y Zn, como ayudante de dispersión para el gránulo además del surfactante.

20 La concentración del copolímero de bloques de tipo gránulo dispersado en agua resultante de la etapa de polimerización del copolímero de bloques y la destilación por arrastre con vapor es habitualmente del 0,1% al 20% en masa (porcentaje con respecto al agua en la zona de extracción). Este intervalo proporciona un gránulo que tiene un diámetro de partícula satisfactorio sin ningún problema en el funcionamiento. Es preferente ajustar el contenido de agua del gránulo del copolímero de bloques a del 1% al 30% en masa a través de deshidratación y, a continuación, se seca el gránulo hasta que el contenido de agua alcanza el 1% en masa o menos.

30 En la etapa de deshidratación del gránulo, la deshidratación se puede realizar con un rodillo, un deshidratador de Banbury o un deshidratador de compresión, tal como un deshidratador de prensa para extrusión con tornillo, o la deshidratación y el secado se pueden llevar a cabo de manera simultánea con un secador de aire caliente de tipo transportador o de tipo caja.

[Composición adhesiva]

35 La composición adhesiva, según las presentes realizaciones, contiene 100 partes en masa de la composición de copolímero de bloques descrita anteriormente, de 50 a 400 partes en masa de un agente de pegajosidad descrito más adelante, de 10 a 200 partes en masa de un agente de reblandecimiento descrito más adelante y, según sea necesario, otros componentes descritos más adelante. Esto permite que la composición adhesiva tenga una pegajosidad, fuerza de pegajosidad, características de fusión, capacidad de recubrimiento y estabilidad de descarga excelentes y una excelente piel de superficie.

45 En el caso de añadir un copolímero de bloques de estireno-butadieno, un copolímero de bloques de estireno-isopreno, un copolímero de bloques de estireno-butadieno hidrogenado, un copolímero de bloques de estireno-isopreno hidrogenado o similares que no sean el copolímero de bloques a utilizar en las presentes realizaciones, estarán contenidos de 50 a 400 partes en masa de un agente de pegajosidad descrito más adelante y de 10 a 200 partes en masa de un agente de reblandecimiento en base a 100 partes en masa del contenido total del copolímero de bloques distinto de aquellos, según las presentes realizaciones, y el componente (a) y el componente (b), según las presentes realizaciones.

50 Es preferente seleccionar el peso molecular promedio en peso de cada uno de los componentes (a) y (b) en la composición de copolímero de bloques dependiendo de la aplicación, y ajustar las cantidades de los diversos componentes a mezclar, tales como un agente de pegajosidad y un agente de reblandecimiento.

55 (Agente de pegajosidad)

60 El agente de pegajosidad se puede seleccionar ampliamente dependiendo de la aplicación y del comportamiento requerido para la composición adhesiva a obtener. El agente de pegajosidad no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen compuestos de colofonia, tales como colofonias naturales, colofonias modificadas, ésteres de glicerol de una colofonia natural, ésteres de glicerol de una colofonia modificada, ésteres de pentaeritritol de una colofonia natural, ésteres de pentaeritritol de una colofonia modificada, colofonias hidrogenadas y ésteres de pentaeritritol de una colofonia hidrogenada; compuestos de terpeno, tales como copolímeros de un terpeno natural, polímeros tridimensionales de un terpeno natural, resinas de terpeno modificadas aromáticas, derivados hidrogenados de una resina de terpeno modificada aromática, resinas de terpeno-fenol, derivados hidrogenados de una resina de terpeno-fenol, resinas de terpeno (por ejemplo, monoterpenos, diterpenos, triterpenos y politerpenos), resinas de terpeno hidrogenadas y derivados hidrogenados de una resina de terpeno hidrogenada; compuestos de

5 hidrocarburos de petróleo, tales como resinas de hidrocarburos de petróleo alifáticos (resinas C5), derivados
 10 hidrogenados de una resina de hidrocarburo de petróleo alifático, resinas de hidrocarburos de petróleo aromáticos
 (resinas C9), derivados hidrogenados de una resina de hidrocarburo de petróleo aromático, resinas de
 dicitropentadieno, derivados hidrogenados de una resina de dicitropentadieno, resinas de copolímero C5/C9,
 derivados hidrogenados de una resina de copolímero C5/C9, resinas de hidrocarburos de petróleo alifáticos cíclicos
 y derivados hidrogenados de una resina de hidrocarburo de petróleo alifático cíclico; y resinas que contienen grupos
 aromáticos. Uno de estos agentes de pegajosidad se puede utilizar de forma individual o se pueden utilizar dos o
 más de los mismos combinados. En el presente documento, una resina de copolímero C5/C9 se refiere a una resina
 de copolímero de petróleo obtenido mediante la polimerización de una mezcla de una fracción C5 y una fracción C9
 como material de partida.

Para el agente de pegajosidad también se puede utilizar un agente de pegajosidad líquido que tiene un tono de color
 de incoloro a amarillo pálido, sustancialmente sin olor y con estabilidad térmica satisfactoria.

15 A continuación, se describirán de manera más específica agentes de pegajosidad preferentes para diversas
 aplicaciones y comportamientos.

(Agente de pegajosidad de derivado hidrogenado)

20 Desde el punto de vista de la supresión de la coloración y el menor olor, son preferentes los derivados hidrogenados
 para el agente de pegajosidad. El derivado hidrogenado no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen
 derivados hidrogenados de una resina de terpeno modificada aromática, derivados hidrogenados de una resina de
 terpeno-fenol, derivados hidrogenados de una resina de terpeno hidrogenada, derivados hidrogenados de una resina
 de hidrocarburo de petróleo alifático (resina C5), derivados hidrogenados de una resina de hidrocarburo de petróleo
 25 aromático (resina C9), derivados hidrogenados de una resina de dicitropentadieno, derivados hidrogenados de una
 resina de copolímero C5/C9 y derivados hidrogenados de una resina de hidrocarburo de petróleo alifático cíclico.
 Entre éstos, son particularmente preferentes, por ejemplo, los derivados hidrogenados de una resina de hidrocarburo
 de petróleo aromático (resina C9), derivados hidrogenados de una resina de dicitropentadieno y derivados
 hidrogenados de una resina de terpeno hidrogenada. El producto comercial de dicho derivado hidrogenado no está
 30 limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen las series P y M de ARKON (nombre comercial) fabricadas por
 Arakawa Chemical Industries, Ltd., las series S y P de I-MARV fabricadas por Idemitsu Kosan Co., Ltd., la serie
 ESCOREZ 5000 (nombre comercial) fabricada por ExxonMobil Chemical y la serie P de CLEARON fabricada por
 YASUHARA CHEMICAL CO., LTD.

35 (Agente de pegajosidad distinto de los derivados hidrogenados)

El agente de pegajosidad distinto de los derivados hidrogenados no está limitado y entre los ejemplos del mismo se
 incluyen colofonias naturales, colofonias modificadas, ésteres de glicerol de una colofonia natural, ésteres de glicerol
 de una colofonia modificada, ésteres de pentaeritritol de una colofonia natural, ésteres de pentaeritritol de una
 40 colofonia modificada, colofonias hidrogenadas y ésteres de pentaeritritol de colofonia hidrogenada; copolímeros de
 un terpeno natural, polímeros tridimensionales de un terpeno natural, resinas de terpeno modificadas aromáticas,
 resinas de terpeno-fenol, resinas de terpeno y resinas de terpeno hidrogenadas; y resinas de hidrocarburos de
 petróleo alifáticos (resinas C5), resinas de hidrocarburos de petróleo aromáticos (resinas C9), resinas de
 dicitropentadieno, resinas de copolímeros C5/C9 y resinas de hidrocarburos de petróleo alifáticos cíclicos. Entre
 45 éstos son preferentes las resinas de hidrocarburos de petróleo alifáticos (resinas C5), resinas de hidrocarburos de
 petróleo aromáticos (resinas C9), resinas de copolímeros C5/C9, resinas de hidrocarburos de petróleo alifáticos
 cíclicos, resinas de terpeno, ésteres de colofonia natural y modificada, y mezclas de los mismos. Entre los ejemplos
 del producto comercial se incluyen: para la resina de hidrocarburo de petróleo alifático (resina C5), la serie Quintone
 100 (nombre comercial) fabricada por Zeon Corporation, la serie ESCOREZ 1000 fabricada por ExxonMobil
 Chemical y la serie WINGTACK (nombre comercial) fabricada por Cray Valley; para la resina de hidrocarburo de
 petróleo aromático (resina C9) y la resina de copolímero C5/C9, la serie PICCOTAC (nombre comercial) fabricada
 por Eastman Chemical Company, la serie ESCOREZ 2000 (nombre comercial) fabricada por ExxonMobil Chemical y
 la serie FTR (nombre comercial) fabricada por Mitsui Chemicals, Inc.; para la resina de terpeno y el éster de
 colofonia natural y modificada, la serie SYLVALITE y la series SYLVARES (nombre comercial) fabricadas por
 55 Arizona Chemical Company, LLC., y la serie PICCOLYTE (nombre comercial) fabricada por Pnova, Inc.

(Agente de pegajosidad alifático)

60 Desde el punto de vista de la obtención de una composición adhesiva que tenga una alta pegajosidad y una alta
 fuerza de retención, y eficacia económica, se utiliza, de manera preferente, un agente de pegajosidad alifático para
 el agente de pegajosidad. El agente de pegajosidad alifático no está limitado y entre los ejemplos del mismo se
 incluyen resinas de hidrocarburos de petróleo alifáticos (resinas C5), derivados hidrogenados de una resina de
 hidrocarburo de petróleo alifático (resina C5), resinas de copolímeros C5/C9 y derivados hidrogenados de una resina
 de copolímero C5/C9. En el presente documento, un agente de pegajosidad alifático se refiere a un agente de
 65 pegajosidad en el que el contenido de grupo hidrocarburo alifático es, de manera preferente, del 50% en masa o
 más, de manera más preferente, del 70% en masa o más, de manera más preferente, del 80% en masa o más, de

manera aún más preferente, del 88% en masa o más y de la manera más preferente, del 95% en masa o más. El contenido de grupo hidrocarburo alifático en el intervalo tiende a mejorar la pegajosidad, la fuerza de retención y la eficacia económica.

- 5 El agente de pegajosidad alifático puede fabricarse mediante homopolimerización o copolimerización de monómeros que tienen cada uno un grupo alifático y un grupo insaturado polimerizable. El monómero que tiene un grupo alifático y un grupo insaturado polimerizable no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen terpenos naturales y sintéticos que contienen un grupo ciclopentilo C5 o un grupo ciclohexilo C6. Otros monómeros que se pueden utilizar en la copolimerización no están limitados y entre los ejemplos de los mismos se incluyen 1,3-butadieno, 10 cis-1,3-pentadieno, trans-1,3-pentadieno, 2-metil-1,3-butadieno, 2-metil-2-buteno, ciclopentadieno, dicitopentadieno, terpenos y resinas de terpeno-fenol.

(Agente de pegajosidad aromático)

- 15 Desde el punto de vista de la obtención de una composición adhesiva que tenga una alta fuerza de adhesión y una alta capacidad de recubrimiento, se utiliza, de manera preferente, un agente de pegajosidad aromático para el agente de pegajosidad. El agente de pegajosidad aromático no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen resinas de hidrocarburos de petróleo aromáticos (resinas C9) y resinas de copolímeros C5/C9. En el presente documento, un agente de pegajosidad aromático se refiere a un agente de pegajosidad en el que el contenido de grupo hidrocarburo aromático es, de manera preferente, del 50% en masa o más, de manera más preferente, del 70% en masa o más, de manera más preferente, del 80% en masa o más, de manera aún más preferente, del 88% en masa o más y, de la manera más preferente, del 95% en masa o más. El contenido de grupo hidrocarburo aromático en el intervalo tiende a mejorar la fuerza de pegajosidad y la capacidad de recubrimiento.

- 25 El agente de pegajosidad aromático se puede fabricar mediante homopolimerización o copolimerización de monómeros que tienen cada uno un grupo aromático y un grupo insaturado polimerizable. El monómero que tiene un grupo aromático y un grupo insaturado polimerizable no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen estireno, α -metilestireno, viniltolueno, metoxiestireno, terc-butilestireno, cloroestireno y un monómero de indeno (incluyendo metilindeno). Otros monómeros que se pueden utilizar en la copolimerización no están limitados y entre los ejemplos de los mismos se incluyen 1,3-butadieno, cis-1,3-pentadieno, trans-1,3-pentadieno, 30 2-metil-1,3-butadieno, 2-metil-2-buteno, ciclopentadieno, dicitopentadieno, terpenos y resinas de terpeno-fenol.

(Agente de pegajosidad que tiene afinidad por el bloque en fase vítrea (por ejemplo, bloque de polímero (A)) y/o bloque en fase no vítrea (por ejemplo, bloque de polímero (B)) de copolímeros de bloques)

- 35 Desde el punto de vista de una alta fuerza de adhesión, la inhibición del cambio en la fuerza de adhesión con el tiempo y el comportamiento de fluencia (un valor más pequeño es mejor), es más preferente que la composición adhesiva contenga del 20% al 75% en masa de un agente de pegajosidad que tenga afinidad por un bloque en fase no vítrea (habitualmente, un bloque intermedio) de los copolímeros de bloques, y del 3% al 30% en masa de un agente de pegajosidad que tenga afinidad por un bloque en fase vítrea (habitualmente, un bloque externo) de los copolímeros de bloques. En el presente documento, los copolímeros de bloques se refieren a los componentes (a) y (b).

- 45 El agente de pegajosidad que tiene afinidad por un bloque en fase vítrea de los copolímeros de bloques no está limitado, pero es, de manera preferente, una resina que tiene un anillo aromático entre las moléculas. La resina no está limitada y entre los ejemplos de la misma se incluyen resinas que contienen grupos aromáticos, tales como homopolímeros o copolímeros que contienen viniltolueno, estireno, α -metilestireno, cumarona o indeno como unidad constitucional. Entre éstos, son preferentes Kristalex y Plastolyn (fabricados por Eastman Chemical Company, nombre comercial) que contienen α -metilestireno.

- 50 El contenido del agente de pegajosidad que tiene afinidad por una fase vítrea de los copolímeros de bloques es, de manera preferente, del 3% al 30% en masa, de manera más preferente, del 5% al 20% en masa y, de manera aún más preferente, del 6 al 12% en masa en base al 100% en masa de la composición adhesiva.

- 55 Desde el punto de vista de alta fuerza de adhesión inicial, alta humectabilidad, baja viscosidad en estado fundido o alta capacidad de recubrimiento de la composición adhesiva, y similares, se utiliza, de manera preferente, para el agente de pegajosidad, una resina de petróleo que tiene un contenido de aromáticos del 3% al 12% en masa. La resina de petróleo no está limitada y entre los ejemplos de la misma se incluyen resinas de hidrocarburos de petróleo alifáticos (resinas C5), derivados hidrogenados de una resina de hidrocarburo de petróleo alifático (resina C5), resinas de hidrocarburos de petróleo aromáticos (resinas C9), derivados hidrogenados de una resina de hidrocarburo de petróleo aromático (resina C9), resinas de dicitopentadieno, derivados hidrogenados de una resina de dicitopentadieno, resinas de copolímeros C5/C9, derivados hidrogenados de una resina de copolímero C5/C9, resinas de hidrocarburos de petróleo alifáticos cíclicos y derivados hidrogenados de una resina de hidrocarburo de petróleo alifático cíclico. El contenido de aromáticos de la resina de petróleo es, de manera preferente, del 3 al 12% 65 en masa y, de manera más preferente, del 4 al 10% en masa. Entre éstas, son particularmente preferentes las resinas de petróleo hidrogenadas.

El contenido del agente de pegajosidad es de 50 a 400 partes en masa en base a 100 partes en masa de la composición de copolímero de bloques y puede ser ampliamente seleccionado dependiendo de la aplicación y del comportamiento requerido para obtener la composición adhesiva.

Como un aspecto, el contenido del agente de pegajosidad es, de manera preferente, de 120 a 380 partes en masa, de manera más preferente, de 150 a 350 partes en masa y, de manera aún más preferente, de 170 a 330 partes en masa en base a 100 partes en masa de la composición de copolímero de bloques. El contenido del agente de pegajosidad en el intervalo tiende a proporcionar una composición adhesiva que tiene características de fusión, capacidad de recubrimiento y estabilidad de descarga excelentes y un brillo homogéneo, y que tiene una piel de superficie sin rugosidades o irregularidades, por ejemplo, sin ondulaciones, turbiedad, manchas o satén, y la composición adhesiva es adecuada para adhesivos viscosos para un producto de higiene, para el que se requiere, por ejemplo, un comportamiento de baja viscosidad debido a una temperatura de recubrimiento relativamente baja. Además, las composiciones adhesivas obtenidas cada una utilizando una composición de copolímero de bloques que contiene un copolímero de bloques hidrogenado para el componente (a) y/o el componente (b) presentan una fuerza de retención, estabilidad térmica y control de los olores a temperaturas más elevadas excelentes, y, por ejemplo, son adecuadas para una pieza para la cual se requiere una elevada fuerza cohesiva, tal como una pieza ajustadora a la cintura de un pañal desechable y procedimientos de producción que son propensos a requerir una retención prolongada de una composición adhesiva en un procesador/recubridor.

Como otro aspecto, el contenido del agente de pegajosidad es, de manera preferente, de 50 a 350 partes en masa, de manera más preferente, de 50 a 300 partes en masa y, de manera aún más preferente, de 50 a 250 partes en masa en base a 100 partes en masa de la composición de copolímero de bloques. El contenido del agente de pegajosidad en el intervalo tiende a proporcionar una composición adhesiva con un equilibrio excelente entre la pegajosidad y la fuerza de retención, y la composición adhesiva es adecuada, por ejemplo, para aplicaciones en cintas/etiquetas, para las cuales se requiere, relativamente, pegajosidad. Además, las composiciones adhesivas obtenidas cada una utilizando una composición de copolímero de bloques que contiene un copolímero de bloques hidrogenado para el componente (a) y/o el componente (b) presentan una fuerza de retención, resistencia a la luz y control de olores a temperaturas más elevadas excelentes, y, por ejemplo, son adecuadas para aplicaciones con alta pegajosidad y aplicaciones en cintas/etiquetas, para las que se requiere, relativamente, una pegajosidad durante un largo período de tiempo.

(Agente de reblandecimiento)

Un "agente de reblandecimiento" se refiere a una sustancia que tiene una función para reducir la dureza de una composición adhesiva y reducir la viscosidad. El agente de reblandecimiento no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen aceites; plastificantes; oligómeros líquidos sintéticos; y mezclas de los mismos.

A continuación, se describirán de manera más específica los agentes de reblandecimientos preferentes para diversas aplicaciones y comportamientos.

Desde el punto de vista de reducción de la viscosidad, el aumento de la pegajosidad y la reducción de la dureza para la composición adhesiva, se pueden utilizar aceites. El aceite no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen aceites de procesado de parafina conocidos, aceites de procesado de nafteno y aceites de procesado de aromáticos; y aceites mixtos de los mismos.

En el caso de utilizar la composición adhesiva para una formulación de tipo absorción percutánea, se puede utilizar un plastificante para el agente de reblandecimiento desde el punto de vista de mejora de la capacidad de absorción transdérmica y de la estabilidad de almacenamiento, y de la mejora de la solubilidad del fármaco en la composición adhesiva. El plastificante (líquido) no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen una parafina líquida; ésteres de ácidos grasos que consisten en un ácido graso superior C_{12-16} y un alcohol monohídrico inferior C_{1-4} , tal como miristato de isopropilo, laurato de etilo y palmitato de isopropilo; ácidos grasos C_{8-10} ; glicoles, tales como etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol, propilenglicol y polipropilenglicol; aceites y grasas, tales como aceite de oliva, aceite de ricino, escualeno y lanolina; disolventes orgánicos, tales como acetato de etilo, alcohol etílico, sulfóxido de dimetildecilo, sulfóxido de decilmetilo, sulfóxido de dimetilo, dimetilformamida, dimetil acetamida, laurilamida de dimetilo, dodecil pirrolidona, isosorbitol, alcohol oleico y ácido láurico; surfactantes líquidos; alcohol estearílico etoxilado, ésteres de glicerina, miristato de isotridecilo, N-metilpirrolidona, oleato de etilo, ácido oleico, adipato de diisopropilo, palmitato de octilo, 1,3-propanodiol y glicerina. Entre éstos, se utiliza un compuesto que es líquido a una temperatura normal. Uno de los plastificantes se puede utilizar de forma individual o se pueden utilizar dos o más de los mismos combinados.

Entre los plastificantes, son preferentes los ésteres de glicerina, y son más preferentes los triglicéridos de ácidos grasos de cadena media, que son cada uno un éster de un ácido graso C_{8-10} y glicerina. Entre los ejemplos de triglicérido de ácido graso de cadena media se incluyen tri(ácido caprílico/ácido cáprico)glicerilo.

En el caso de utilizar la composición adhesiva y una cinta adhesiva sensible a la presión para una cinta adhesiva

médica sensible a la presión, tal como una cinta de vendaje, es preferente utilizar combinados una parafina líquida y otro plastificante líquido como plastificante.

El contenido del plastificante líquido es, de manera preferente, del 3% en masa o más y del 30% en masa o menos, de manera más preferente, del 3% en masa o más y del 20% en masa o menos y, de manera aún más preferente, del 3% en masa o más y del 10% en masa o menos en base a la cantidad total de la composición adhesiva. El contenido del plastificante líquido del 3% en masa o más mejora la capacidad de absorción transdérmica y la estabilidad de almacenamiento y la solubilidad del fármaco en la composición adhesiva tiende a mejorar. Además, el contenido del plastificante líquido del 30% en masa o menos tiende a mejorar la fuerza de cohesión de la composición adhesiva.

Si se requiere que la composición adhesiva sea más flexible, se puede utilizar un oligómero líquido sintético desde el punto de vista de mejora en las características de sangrado. El oligómero líquido sintético no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen oligómeros de estireno, oligómeros de butadieno, oligómeros de isopreno y oligómeros de buteno.

El producto comercial de dicho agente de reblandecimiento no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen Diana Frecia S32 (nombre comercial), Diana Process Oil PW-90 (nombre comercial), Process Oil NS100 (nombre comercial) y Process Oil NS90S (nombre comercial) fabricado por Idemitsu Kosan Co., Ltd.; White Oil Broom 350 (nombre comercial) fabricado por Kukdong Oil & Chemical Co., Ltd; DN Oil KP-68 (nombre comercial); Enerper M1930 (nombre comercial) fabricado por B.P. Chemicals; Kaydol (nombre comercial) fabricado por Crompton Corp.; Primol 352 (nombre comercial) fabricado por Esso; y KN4010 (nombre comercial) fabricado por PetroChina Company Limited.

El contenido del agente de reblandecimiento es de 10 a 200 partes en masa en base a 100 partes en masa de la composición de copolímero de bloques y se puede seleccionar ampliamente dependiendo de la aplicación y el comportamiento requerido para obtener la composición adhesiva.

Como un aspecto, el contenido del agente de reblandecimiento es, de manera preferente, de 50 a 190 partes en masa, de manera más preferente, de 70 a 180 partes en masa, de manera más preferente, de 80 a 150 partes en masa y, de manera aún más preferente, de 90 a 140 partes en masa en base a 100 partes en masa de la composición de copolímero de bloques. El contenido del agente de reblandecimiento en el intervalo tiende a proporcionar una composición adhesiva que tiene características de fusión, capacidad de recubrimiento y estabilidad de descarga excelentes, y una piel de superficie excelente, y la composición adhesiva es adecuada para adhesivos viscosos para un producto de higiene, para el que se requiere, por ejemplo, un comportamiento de baja viscosidad debido a una temperatura de recubrimiento relativamente baja. Además, las composiciones adhesivas obtenidas cada una utilizando una composición de copolímero de bloques que contiene un copolímero de bloques hidrogenado para el componente (a) y/o el componente (b) presentan una fuerza de retención, estabilidad térmica y control de los olores a temperaturas más elevadas excelentes, y, por ejemplo, son adecuadas para una pieza para la cual se requiere una elevada fuerza cohesiva, tal como una pieza ajustadora a la cintura de un pañal desechable y procedimientos de producción que son propensos a requerir una retención prolongada de una composición adhesiva en un procesador/recubridor.

Como otro aspecto, el contenido del agente de reblandecimiento es, de manera preferente, de 10 a 170 partes en masa, de manera más preferente, de 10 a 150 partes en masa, de manera más preferente, de 15 a 140 partes en masa y, de manera aún más preferente, de 20 a 130 partes en masa en base a 100 partes en masa de la composición de copolímero de bloques. El contenido del agente de reblandecimiento en el intervalo tiende a proporcionar una composición adhesiva con un equilibrio excelente entre la pegajosidad y la fuerza de retención, y la composición adhesiva es adecuada, por ejemplo, para aplicaciones en cintas/etiquetas, para las cuales se requiere, relativamente, pegajosidad. Además, una composición adhesiva obtenida utilizando una composición de copolímero de bloques que contiene un copolímero de bloques hidrogenado para el componente (a) y/o el componente (b) presenta una fuerza de retención, resistencia a la luz y control de olores a temperaturas más elevadas excelentes, y, por ejemplo, son adecuadas para aplicaciones con alta pegajosidad y aplicaciones en cintas/etiquetas, para las que se requiere, relativamente, una pegajosidad durante un largo período de tiempo.

(Otros componentes)

La composición adhesiva, según las presentes realizaciones, pueden contener un antioxidante, un polímero distinto de los componentes (a) y (b), una cera, un estabilizador, tal como un estabilizador de luz, u otro aditivo, según sea necesario.

(Antioxidante)

El antioxidante no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen antioxidantes fenólicos impedidos estéricamente, tales como 2,6-di-t-butil-4-metilfenol, 3-(4'-hidroxi-3',5'-di-t-butilfenil)propionato de n-octadecilo, 2,2'-metilenbis(4-metil-6-t-butilfenol), 2,2'-metilenbis(4-etil-6-t-butilfenol), 2,4-bis[(octiltio)metil]-O-cresol,

2-t-butil-6-(3-t-butil-2-hidroxi-5-metilbencil)-4-metilfenilacrilato, 2,4-di-t-amil-6-[1-(3,5-di-t-amil-2-hidroxifenil)etil]fenilacrilato y 2-[1-(2-hidroxi-3,5-di-terc-pentilfenil)]acrilato; antioxidantes que contienen azufre, tales como tiodipropionato de dilaurilo, tiodipropionato de laurilestearilo, tetrakis(β -lauriltiopropionato) de pentaeritritol; y antioxidantes que contienen fósforo, tales como tris(nonilfenil)fosfito y tris(2,4-di-t-butilfenil)fosfito.

Entre los ejemplos del producto comercial del antioxidante se incluyen SUMILIZER GM (nombre comercial), SUMILIZER TPD (nombre comercial) y SUMILIZER TPS (nombre comercial) fabricados por Sumitomo Chemical Co., Ltd.; IRGANOX 1010 (nombre comercial), IRGANOX HP2225FF (nombre comercial), IRGAFOS 168 (nombre comercial) e IRGANOX 1520 (nombre comercial) fabricados por Ciba Specialty Chemicals Inc.; y JF77 (nombre comercial) fabricado por Johoku Chemical Co., Ltd. Uno de estos estabilizadores se puede utilizar de forma individual o se pueden utilizar combinados dos o más de los mismos.

A pesar de que el antioxidante puede estar contenido en cualquier contenido, el contenido es, de manera preferente, de 5 partes en masa o menos en base a 100 partes en masa de la composición adhesiva.

(Polímero distinto del componente (a) y el componente (b))

El polímero distinto del componente (a) y el componente (b) no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen copolímeros de poliolefina, copolímeros de vinilo aromático y otros cauchos. Cabe indicar que "distinto del componente (a) y el componente (b)" significa, en la presente memoria descriptiva, que la sustancia no es ni el componente (a) ni el componente (b).

El copolímero de poliolefina no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen polipropilenos atácticos, copolímeros de etileno-acrilato de etilo y polímeros de α -olefina.

El copolímero de vinilo aromático no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen polímeros, tales como copolímeros de bloques de estireno-etileno, copolímeros de bloques de estireno-butadieno, copolímeros de bloques de estireno-propileno, copolímeros de bloques de estireno-isopreno, copolímeros de bloques de estireno-butadieno/isopreno, copolímeros de bloques de estireno-butadieno/isopreno, copolímeros de bloques de estireno-isopreno, copolímeros de bloques de estireno-isopreno, copolímeros de bloques de estireno-butadieno-isopreno y copolímeros de bloques de estireno-butadieno/isopreno; con la condición de que los polímeros no son ni el componente (a) ni el componente (b). El copolímero de vinilo aromático puede ser una resina termoplástica de vinilo aromático o un elastómero de vinilo aromático.

El contenido del copolímero de vinilo aromático distinto del componente (a) y el componente (b) es, de manera preferente, de 10 a 80 partes en masa, de manera más preferente, de 10 a 70 partes en masa, de manera aún más preferente, de 10 a 60 partes en masa y, de manera aún más preferente, de 20 a 50 partes en masa en base a 100 partes en masa del total del componente (a) y el componente (b), y el copolímero de bloques distinto del componente (a) y el componente (b).

El otro caucho no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen cauchos naturales; y cauchos sintéticos, tales como cauchos de isopreno-isobutileno, cauchos de poliisopreno, cauchos de polibutadieno, cauchos de estireno-butadieno, cauchos de estireno-isopreno, cauchos de propileno-butileno, cauchos de etileno-propileno, cauchos de cloropreno, cauchos acrílicos, cauchos de isopreno-isobutileno y cauchos de polipentenámero.

A continuación, se describirán de manera más específica polímeros preferentes distintos de los componentes (a) y (b) para diversas aplicaciones y comportamientos.

(Copolímero de vinilo aromático hidrogenado)

En el caso de que se requiera, por ejemplo, una reducción del residuo de adhesivo cuando la composición adhesiva se despegue, la inhibición del cambio en la fuerza de adhesión con el tiempo o características de fluencia (un valor más pequeño es mejor), resistencia al calor o resistencia a la luz, se puede utilizar un copolímero de vinilo aromático hidrogenado. El copolímero de vinilo aromático hidrogenado no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen copolímeros de bloques de estireno-butadieno hidrogenados que tienen una estructura S-EB-S (S: bloque de poliestireno, EB: bloque de copolímero de etileno/butileno) o similares; copolímeros de bloques de estireno-isopreno hidrogenados que tienen una estructura S-EP-S (S: bloque de poliestireno EP: copolímero de bloque de etileno/propileno) o similar; y copolímeros de bloques de estireno-butadieno-isopreno hidrogenados que tienen una estructura S-E-EP-S (S: bloque de poliestireno, E: bloque de etileno, EP: copolímero de bloque de etileno/propileno) o similar.

El contenido de estireno en el copolímero de vinilo aromático hidrogenado es, de manera preferente, del 10% en masa al 45% en masa en base al 100% en masa del copolímero de vinilo aromático hidrogenado.

La proporción de hidrogenación de grupo insaturado en el dieno conjugado en el copolímero de vinilo aromático

hidrogenado es, de manera preferente, del 30% molar o más, de manera más preferente, del 50% molar o más, de manera más preferente, del 70% molar o más y, de manera aún más preferente, del 85% molar o más.

(Copolímero de bloques de isopreno)

5 En el caso de que se requiera, por ejemplo, una alta adhesividad o la inhibición de la gelificación de la composición adhesiva, se puede utilizar un copolímero de bloque de isopreno, que tiene una unidad de monómero de isopreno. El copolímero de bloque de isopreno no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen copolímeros de bloques de estireno-isopreno que tienen una estructura un $(S-I)_n$, $(S-I)_n-S$ o $(S-I)_nY$ (S: bloque de poliestireno, I: bloque de poliisopreno) o similares; y copolímeros de bloques de estireno-butadieno-isopreno que tienen una estructura $(S-I-B)_n$, $(S-I-B)_n-S$ o $(S-I-B)_nY$ (S: bloque de poliestireno, I: bloque de poliisopreno, B: bloque de polibutadieno, Y: residuo de agente de acoplamiento polifuncional o un residuo de iniciador de la polimerización; n es un número entero de 1 o más, de manera preferente, un número entero de 1 a 5), o, $(S-I/B)_n$, $(S-I/B)_n-S$, $(S-I/B)_nY$ (S: bloque de poliestireno, I/B: bloque de copolímero de isopreno/butadieno, Y: residuo de agente de acoplamiento o un residuo de iniciador de la polimerización; n es un número entero de 1 o más, de manera preferente, un número entero de 1 a 5) o similares. De manera más preferente, éstas tienen una estructura radial.

(Ionómero)

20 En el caso de que se requiera, por ejemplo, una capacidad elevada de recubrimiento a bajas temperaturas, fluencia (un valor más pequeño es mejor) y una resistencia elevada o alargamiento elevado para la composición adhesiva, se puede utilizar un polímero en un estado de ionómero. El ionómero no está limitado, pero son preferentes los polímeros o copolímeros que contienen un carboxilato, sulfonato o fosfonato que se neutraliza parcial o totalmente por un ión metálico. El contenido del ionómero es, de manera preferente, del 5% en masa o menos en base a la cantidad total de la composición adhesiva.

(Copolímero de poliolefina)

30 En el caso de que se requiera, por ejemplo, una estabilidad de almacenamiento a temperaturas elevadas, un alargamiento elevado o reducción en la cantidad de un agente de pegajosidad en la composición de copolímero de bloques (55% en masa o menos, o incluso 45% en masa o menos en la composición) para la composición adhesiva, se puede utilizar un copolímero de poliolefina. El copolímero de poliolefina no está limitado, pero son preferentes copolímeros de una α -olefina y una olefina, y homopolímeros de propileno. El punto de fusión de estos polímeros (condiciones: 5°C/min en la medición DSC) es, de manera preferente, de 110°C o inferior, de manera más preferente, de 100°C o inferior y, de manera aún más preferente, de 60°C a 90°C. Estos polímeros pueden ser una resina termoplástica o un elastómero. La distribución de pesos moleculares de estos polímeros es, de manera preferente, de 1 a 4 y, de manera más preferente, de 1 a 3.

40 Desde el punto de vista de la capacidad de procesamiento, es más preferente utilizar dos o más de los copolímeros obtenidos utilizando de una α -olefina u homopolímeros de propileno combinados. De manera específica, es preferente utilizar combinados un polímero que tenga un peso molecular promedio en peso de 30.000 a 60.000 y un polímero que tenga un peso molecular promedio en peso de 60.000 a 90 000, y es más preferente utilizar combinados un polímero que tenga un peso molecular promedio en peso de 35.000 a 55.000 y un polímero que tenga un peso molecular promedio en peso de 60.000 a 80.000. El contenido de componentes líquidos (tales como un aceite) en la composición adhesiva con los mismos es, de manera preferente, del 20% en masa o más y, de manera más preferente, del 25% en masa o más.

(Caucho de dieno conjugado)

50 En el caso de que se pretenda mejorar la composición para cintas adhesivas sensibles a la presión con respecto a la fuerza de pegajosidad al propio soporte o la fuerza de adhesión a la piel, se puede utilizar un caucho de dieno conjugado. El caucho de dieno conjugado no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen cauchos de isopreno-isobutileno, cauchos de poliisopreno, cauchos de polibutadieno, cauchos de estireno-butadieno, cauchos de estireno-isopreno y cauchos de propileno-butileno. Entre éstos, son preferentes los cauchos de poliisopreno desde el punto de vista de un efecto elevado.

60 El contenido del caucho de dieno conjugado es, de manera preferente, del 3% en masa o más y del 25% en masa o menos, de manera más preferente, del 5% en masa o más y del 20% en masa o menos, y de manera aún más preferente, del 5% en masa o más y del 15% en masa o menos en base a la cantidad total de la composición adhesiva. El contenido del caucho de dieno conjugado del 3% en masa o más tiende a mejorar la fuerza de pegajosidad al propio soporte o la fuerza de adhesión a la piel. Además, el contenido de caucho de dieno conjugado del 25% en masa o inferior tiende a mejorar la fuerza de cohesión y reducir el residuo de adhesivo.

(Elastómero de olefina)

65 En el caso de que se requiera, por ejemplo, el alargamiento de la composición adhesiva, es preferente utilizar un

elastómero de olefina combinado. El elastómero de olefina no está limitado, pero, de manera preferente, es un elastómero de olefina que tiene una Tg de -10°C o inferior, por ejemplo. Desde el punto de vista del comportamiento de fluencia (un valor más pequeño es mejor), son más preferentes los elastómeros de olefina que tienen un bloque.

5 (Cera)

La composición adhesiva puede contener una cera, según sea necesario. La cera no está limitada y se pueden añadir, por ejemplo, una cera de parafina, una cera microcristalina, una cera de polietileno de bajo peso molecular o similares.

10

En el caso de que se requiera una viscosidad baja en estado fundido, en particular una viscosidad baja en estado fundido a 140°C o inferior, para la composición adhesiva, es preferente utilizar, como mínimo, una cera seleccionada entre una cera de parafina, una cera microcristalina y una cera Fischer-Tropsch combinadas.

15 El contenido de la cera es, de manera preferente, del 2% al 10% en masa y, de manera más preferente, del 5% al 10% en masa. El punto de fusión de la cera es, de manera preferente, de 50°C a 110°C , de manera más preferente, de 65°C a 110°C , de manera aún más preferente, de 70°C a 110°C y, de manera aún más preferente, de 75°C a 110°C . El punto de reblandecimiento de un agente de pegajosidad a utilizar entonces en combinación es, de manera preferente, de 70°C o superior, y de manera más preferente, de 80°C o superior. El G' (condiciones de medición: 25°C , 10 rad/s) de una composición adhesiva a obtener entonces, es, de manera preferente, de 1 MPa o menos. La temperatura de cristalización de la composición adhesiva es, de manera preferente, de 7°C o inferior.

20

(Estabilizador de la luz)

25 La composición adhesiva puede contener un estabilizador de la luz, según sea necesario. El estabilizador de la luz no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen absorbentes de ultravioleta de benzotriazol, tales como 2-(2'-hidroxi-5'-metilfenil)benzotriazol, 2-(2'-hidroxi-3',5'-t-butilfenil)benzotriazol y 2-(2'-hidroxi-3',5'-di-t-butilfenil)-5-clorobenzotriazol; absorbentes de ultravioleta de benzofenona, tales como 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona; y de estabilizadores de la luz de amina impedidas estéricamente.

30

(Cargas de partículas finas)

35 La composición adhesiva, según las presentes realizaciones, pueden contener, además, una carga de partículas finas como otro aditivo. La carga de partículas finas no está limitada, siempre que la carga de partículas finas sea una utilizada habitualmente. La carga de partículas finas no está limitada y entre los ejemplos de la misma se incluyen mica, carbonato de calcio, caolín, talco, óxido de titanio, tierra de diatomeas, resinas de urea, microesferas de estireno, arcilla calcinada y almidón. La forma es, de manera preferente, esférica, y la dimensión (el diámetro de una forma esférica) no está limitada.

40 [Características de la composición adhesiva]

El comportamiento de la composición adhesiva, según las presentes realizaciones, se puede medir mediante la utilización de una cinta adhesiva sensible a la presión que se fabrica en las condiciones mostradas en los ejemplos descritos más adelante, según las condiciones de medición que se muestran en los ejemplos.

45

[Procedimiento de fabricación de una composición adhesiva]

50 La composición adhesiva, según las presentes realizaciones, se pueden fabricar mediante la mezcla de la composición de copolímero de bloques, agente de pegajosidad, agente de reblandecimiento y otro aditivo, descritos anteriormente, según sea necesario, según un procedimiento conocido. El procedimiento de mezcla no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen un procedimiento de mezcla homogénea de la composición de copolímero de bloques, el agente de pegajosidad y el agente de reblandecimiento con un mezclador, una amasadora o similares, mientras se calienta.

55 La temperatura en la mezcla es, de manera preferente, de 130°C a 210°C , de manera más preferente, de 140°C a 200°C y, de manera aún más preferente, de 150°C a 190°C . La temperatura en la mezcla de 130°C o superior tiende a permitir que la composición de copolímero de bloques se funda de manera suficiente, dando lugar a una dispersión satisfactoria. Además, la temperatura en la mezcla de 210°C o inferior tiende a evitar la evaporación de los componentes de bajo peso molecular de un agente de reticulación o el agente de pegajosidad y el deterioro de las características de adhesión viscosa.

60

La duración de la mezcla es, de manera preferente, de 5 minutos a 90 minutos, de manera más preferente, de 10 minutos a 80 minutos y, de manera aún más preferente, de 20 minutos a 70 minutos. La duración de la mezcla de 5 minutos o más tiende a permitir que los componentes se dispersen homogéneamente. Además, la duración de la mezcla de 90 minutos o menos tiende a impedir la evaporación de los componentes de bajo peso molecular de un agente de reticulación o el agente de pegajosidad, el deterioro de las características de adhesión viscosa y la

65

degradación del copolímero de bloques.

[Procedimiento para la aplicación de la composición adhesiva]

5 El procedimiento para aplicar un adhesivo viscoso no está limitado, siempre que el procedimiento proporcione el producto pretendido y entre los ejemplos del procedimiento de recubrimiento se incluyen un procedimiento en el que una composición adhesiva se disuelve en un disolvente y el recubrimiento se lleva a cabo con la solución, y un procedimiento de recubrimiento de fusión en caliente, en el que el recubrimiento se lleva a cabo con una composición adhesiva fundida.

10 Entre éstos, es preferente un procedimiento de recubrimiento de fusión en caliente desde el punto de vista de la contaminación ambiental y la facilidad de recubrimiento. El procedimiento de recubrimiento de fusión en caliente se clasifica, en general, en la aplicación por contacto y la aplicación sin contacto. La "aplicación por contacto" se refiere a un procedimiento de aplicación para poner en contacto una máquina de pulverización con un elemento o una película en la aplicación de un adhesivo de fusión en caliente. La "aplicación sin contacto" se refiere a un procedimiento de aplicación que no pone en contacto una máquina de pulverización con un elemento o una película en la aplicación de un adhesivo de fusión en caliente. El procedimiento de aplicación por contacto no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen recubrimiento con recubridor con troquel, recubrimiento con recubridor con ranuras y recubrimiento con recubridor en rodillo. El procedimiento de aplicación sin contacto no está limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen recubrimiento en espiral, que permite recubrir en forma de espiral, recubrimiento omega y recubrimiento en costura de control, que permite la aplicación en forma de onda, recubrimiento por pulverización en ranuras y recubrimiento de pulverización en cortina, que permiten la aplicación en un plano, recubrimiento con puntos, que permite el recubrimiento en puntos, y el recubrimiento con microesferas, que permite un recubrimiento de forma lineal.

25 La composición adhesiva, según las presentes realizaciones, es adecuada para el recubrimiento en espiral. El "recubrimiento en espiral" se refiere a un procedimiento para llevar a cabo la aplicación sin contacto de un adhesivo en forma de espiral con aire en un recubrimiento intermitente o continuo. Es ventajoso para la fabricación de un producto desechable que el recubrimiento con un adhesivo de fusión en caliente pueda llevarse a cabo con una anchura amplia mediante la utilización de un recubrimiento por pulverización. Se puede utilizar un adhesivo de fusión en caliente que permite el recubrimiento con una anchura amplia en una anchura de recubrimiento estrechamente ajustada mediante el ajuste de la presión del aire caliente. Un adhesivo de fusión en caliente que tiene dificultades para ser utilizado para el recubrimiento en una anchura amplia requiere muchas boquillas de pulverización para obtener un área de adhesión suficiente y dicho adhesivo de fusión en caliente no es adecuado para la fabricación de un producto desechable relativamente pequeño, tal como un forro de incontinencia, así como un producto desechable que tiene una forma complicada. De este modo, la composición adhesiva, según las presentes realizaciones, que puede aplicarse en una anchura amplia a través del recubrimiento en espiral, es adecuada para un producto desechable.

40 La composición adhesiva, según las presentes realizaciones, tiene una buena idoneidad para el recubrimiento a 150°C o inferior y, de este modo, es útil para fabricar un producto desechable. Cuando se utiliza un adhesivo de fusión en caliente para el recubrimiento a una temperatura elevada, la película de poliolefina (de manera preferente, polietileno) como material de base de un producto desechable se funde o se contrae por el calor, y como resultado, se deteriora de manera significativa el aspecto del producto desechable. Cuando se utiliza un adhesivo de fusión en caliente para el recubrimiento a 150°C o inferior, el aspecto de la película o tela no tejida de poliolefina (de manera preferente, polietileno) como material de base de un producto desechable apenas cambia y el aspecto del producto no se deteriora.

50 La composición adhesiva, según las presentes realizaciones, presenta una idoneidad excelente para el recubrimiento a alta velocidad y, de este modo, es adecuada para fabricar un producto desechable en un tiempo corto. Cuando un material de base que se transporta a alta velocidad es recubierto con un adhesivo de fusión en caliente mediante la utilización de un procedimiento de recubrimiento por contacto, el material de base puede frenarse debido a la fricción. La composición adhesiva, según las presentes realizaciones, es adecuada para el recubrimiento en espiral, uno de los recubrimientos sin contacto, y, de este modo, es adecuada para el recubrimiento a alta velocidad y permite mejorar la eficacia para la fabricación de un producto desechable. Además, el adhesivo de fusión en caliente, según las presentes realizaciones, que es adecuado para el recubrimiento a alta velocidad, no altera el patrón de recubrimiento.

60 La composición adhesiva, según las presentes realizaciones, tiene una buena estabilidad térmica y se funde de manera homogénea en un tanque a alta temperatura de 100°C a 200°C sin experimentar separación de fases. Un adhesivo de fusión en caliente que tiene una pobre estabilidad térmica fácilmente experimenta la separación de fases de sus componentes en un tanque a alta temperatura. La separación de fases puede causar la obstrucción de un filtro del tanque o de una tubería de transporte.

[Aplicación]

La composición adhesiva, según las presentes realizaciones, tiene buenas características de fusión y de capacidad de recubrimiento, y estabilidad de descarga, y una buena piel de superficie, y presenta una pegajosidad y fuerza de pegajosidad excelentes, y también tiene un buen equilibrio entre estas características de adhesión viscosa. Mediante la utilización de dichas características, la composición adhesiva, según las presentes realizaciones, se puede utilizar para diversas cintas/etiquetas adhesivas sensibles a la presión, placas delgadas sensibles a la presión, láminas sensibles a la presión, láminas/películas protectoras de superficies, adhesivos de soporte para la fijación de diversos artículos de plástico moldeados de peso ligero, adhesivos de soporte para la fijación de una alfombra, adhesivos de soporte para la fijación de un azulejo, adhesivos o similares, y, en particular, puede utilizarse adecuadamente para un adhesivo viscoso para cintas adhesivas sensibles a la presión, láminas/películas adhesivas sensibles a la presión, etiquetas adhesivas sensibles a la presión, láminas/películas protectoras de superficies y productos de higiene.

15 **Ejemplos**

En lo sucesivo, la presente invención se describirá en detalle con referencia a ejemplos específicos y ejemplos comparativos, pero la presente invención no se limita a los siguientes ejemplos. En los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos, las mediciones de las características y propiedades físicas de un polímero se realizaron según el siguiente procedimiento.

[(1): Características de la composición de copolímero de bloques]

<(1-1) Contenido de unidad de monómero de vinilo aromático (estireno)>

Se disolvió una cantidad predeterminada de un copolímero de bloques en cloroformo, y después de la medición con un espectrofotómetro de ultravioleta (UV-2450, fabricado por Shimadzu Corporation), se calculó el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático (estireno) a partir de la intensidad del pico a la longitud de onda de absorción (262 nm) debido a un componente de compuesto aromático de vinilo (estireno) con la utilización de una curva de calibración.

<Evaluación α : (1-2) Pesos moleculares promedio en peso>

Los pesos moleculares promedio en peso del componente (a) y del componente (b) se determinaron en base al peso molecular máximo en el cromatograma con la utilización de una curva de calibración (preparada utilizando el peso molecular máximo de un patrón de poliestireno) determinada a partir de la medición para un poliestireno patrón disponible comercialmente. Se utilizó HLC-8320 EcoSEC Data Acquisition para un software de medición y un HLC-8320 EcoSEC Data Analysis para un software de análisis.

(Condiciones de medición)

CPG: HLC-8320 CPG (fabricado por Tosoh Corporation)
detector: RI

sensibilidad de detección: 3 mV/min
campo de muestreo: 600 ms
columna: TSKgel superHZM-N (6 mm de D.I x 15 cm) x 4
(fabricada por Tosoh Corporation)
disolvente: THF
flujo: 0,6 ml/min
concentración: 0,5 mg/ml
temperatura de la columna: 40°C
volumen de inyección: 20 μ l

<Evaluación α : (1-3) Proporción del peso molecular promedio en peso>

La proporción del peso molecular promedio en peso (componente (b)/componente (a)) se determinó a partir de los pesos moleculares promedio en peso del componente (a) y del componente (b) determinados anteriormente.

<Evaluación α : (1-4) Contenido de componente (a) y de componente (b)>

El porcentaje del área máxima en el peso molecular más pequeño con respecto al área máxima total en una curva de elución determinada en el punto (1-2) anterior se utilizó como el contenido del componente (a). El porcentaje de áreas máximas a pesos moleculares más elevados que el del componente (a) con respecto al área máxima total en una curva de elución determinado en el punto (1-2) anterior se utilizó como el contenido del componente (b).

<Evaluación α : (1-5) Proporciones del área para los componentes (b-1), (b-2) y (b-3)>

Entre los picos para el componente (b), se utilizaron un pico a un peso molecular promedio en peso de 1,5 veces o más y de menos de 2,5 veces, como máximo, el peso molecular promedio en peso del componente (a), un pico a un peso molecular promedio en peso de 2,5 veces o más y de menos de 3,7 veces, como máximo, el peso molecular promedio en peso del componente (a) y un pico a un peso molecular promedio en peso de 3,7 veces o más y de menos de 4,9 veces, como máximo, el peso molecular promedio en peso del componente (a) como el pico para el componente (b-1), el pico para el componente (b-2) y el pico para el componente (b-3), respectivamente. La curva de elución se separó verticalmente en cada punto de inflexión entre los picos y se calculó la proporción de cada una de las áreas divididas con respecto al área total para el componente (b), que se utilizó como la proporción del área para el componente correspondiente. En la determinación de los puntos de inflexión entre los picos para los componentes (b-1), (b-2) y (b-3), se realizó un ajuste gaussiano para la separación de picos con un software de división de las formas de onda EcoSEC y se utilizó un punto de intersección entre los picos para un punto de inflexión. La división vertical, el cálculo de cada peso molecular promedio en peso después de la separación y el cálculo de cada proporción del área se llevaron a cabo con un software de HLC-8320 EcoSEC Data Analysis.

<Evaluación β : (1-6) Pesos moleculares promedio en peso>

Los pesos moleculares promedio en peso del componente (a) y el componente (b) se determinaron en base al peso molecular máximo en el cromatograma con la utilización de una curva de calibración (preparada utilizando el peso molecular máximo de un poliestireno patrón) determinada a partir de la medición para un poliestireno patrón disponible comercialmente en las condiciones descritas más adelante. Para una muestra hidrogenada, se midió el peso molecular del polímero después de la hidrogenación. En primer lugar, se utilizó un pico individual que tenía el peso molecular más pequeño entre los máximos en el intervalo de pesos moleculares de 20.000 o superior, y tenía una proporción del área de 0,1 o más, que se calculó con respecto al área máxima total para la composición de copolímero de bloques a través de la separación máxima descrita más adelante, como el pico para el componente (a), y todos los picos en el intervalo de pesos moleculares mayores que el peso molecular del componente (a) se utilizaron como los picos para el componente (b). Los pesos moleculares promedio en peso del componente (a) y del componente (b) se pueden determinar a través de la división vertical de la curva de CPG con respecto a la línea base en los puntos de inflexión entre los picos con un software de sistema descrito más adelante. Aquí, se utilizó el punto más bajo en la dirección vertical (pico valle) entre picos adyacentes para un punto de inflexión entre los picos para los componentes (a) y (b). En el caso de que el punto más bajo esté presente de forma continua, se utilizó el punto intermedio. Mediante la utilización de una función de división en forma de onda en el software de división en forma de onda, la división vertical se realizó en cada uno de los puntos de inflexión descritos anteriormente y, posteriormente, se calculó el peso molecular promedio en peso correspondiente y la proporción del área.

(Condiciones de medición)

CPG: sistema ACQUITY APC (fabricado por Nihon Waters K.K.)
 software de sistema (medición/análisis): Empower 3
 detector: RI
 unidad de índice de refracción a escala completa: 500 μ RIU
 salida a escala completa: 2.000 mV
 frecuencia de muestreo: 10 puntos/s
 columna: ACQUITY APC XT125 (4,6 mm x 150 mm); x1
 ACQUITY APC XT200 (4,6 mm x 150 mm); x1
 ACQUITY APC XT90 (4,6 mm x 150 mm); x1
 ACQUITY APC XT450 (4,6 mm x 150 mm); x1
 disolvente: THF
 flujo: 1,0 ml/min
 concentración: 0,1 mg/ml
 temperatura de la columna: 40°C
 volumen de inyección: 20 μ l

<Evaluación β : (1-7) Proporción de peso molecular promedio en peso>

La proporción del peso molecular promedio en peso (componente (b)/componente (a)) se determinó a partir de los pesos moleculares promedio en peso del componente (a) y del componente (b) determinados anteriormente.

<Evaluación β : (1-8) Contenido de componente (a) y de componente (b)>

El porcentaje del área máxima para el componente (a) con respecto al área máxima total en una curva de elución determinada en el punto (1-6) anterior se utilizó como el contenido del componente (a). El porcentaje de todas las áreas máximas a pesos moleculares más elevados que el del componente (a) con respecto al área máxima total en una curva de elución determinado en el punto (1-6) anterior se utilizó como el contenido del componente (b).

<Evaluación β : (1-9) Proporciones del área para los componentes (b-1), (b-2) y (b-3)>

5 Entre los picos para el componente (b), se utilizaron un pico a un peso molecular promedio en peso de 1,5 veces o más y de menos de 2,5 veces, como máximo, el peso molecular promedio en peso del componente (a), un pico a un peso molecular promedio en peso de 2,5 veces o más y de menos de 3,4 veces, como máximo, el peso molecular promedio en peso del componente (a) y un pico a un peso molecular promedio en peso de 3,4 veces o más y de menos de 4,5 veces, como máximo, el peso molecular promedio en peso del componente (a) como el pico para el componente (b-1), el pico para el componente (b-2) y el pico para el componente (b-3), respectivamente. La proporción del área con respecto al total para el componente (b) y el peso molecular promedio en peso de cada uno del componente (b-1), el componente (b-2) y el componente (b-3), y la proporción del peso molecular promedio en peso se puede determinar a través de la medición por CPG con la utilización del aparato y las condiciones anteriores, seguido de la división vertical con respecto a la línea de base en los puntos de inflexión entre los picos en la curva de CPG con el software de sistema descrito anteriormente. Aquí, se utilizó el punto más bajo en la dirección vertical (pico valle) entre picos adyacentes para un punto de inflexión entre los picos para los componentes (b-1), (b-2) y (b-3). En el caso de que el punto más bajo esté presente de forma continua, se utilizó el punto intermedio. Mediante la utilización de una función de división en forma de onda en el software de sistema descrito anteriormente, la división vertical se realizó en cada uno de los puntos de inflexión descritos anteriormente y, posteriormente, se calcularon el peso molecular promedio en peso correspondiente, la proporción del peso molecular promedio en peso y la proporción del área.

<(1-10) Viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa>

25 La viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa se midió con un viscosímetro capilar Cannon-Fenske en un baño termostático controlado a una temperatura de 25°C.

<Evaluación γ : (1-11) Contenido promedio de enlace de vinilo en una unidad de monómero de dieno conjugado>

30 El contenido promedio de enlace de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado se calculó para una composición de copolímero de bloques antes de la hidrogenación con un espectrofotómetro de infrarrojos (FT/IR-230, fabricado por JASCO Corporation), según un procedimiento Hampton.

<Evaluación δ : (1-12) Contenido promedio de enlace de vinilo en una unidad de monómero de dieno conjugado>

35 El contenido de enlace de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado en el componente (a) y el componente (b) se midió con un aparato de resonancia magnética nuclear (RMN) en las siguientes condiciones. Se añadió una gran cantidad de metanol a una solución de reacción después de la finalización de todas las reacciones (después de la reacción de hidrogenación para un copolímero de bloques hidrogenado) para precipitar el copolímero de bloques para la recuperación. A continuación, se extrajo el copolímero de bloques con acetona y la solución extraída se secó al vacío, y el producto resultante se utilizó como muestra para la medición por ^1H -RMN. Las condiciones para la medición por ^1H -RMN fueron las siguientes.

(Condiciones de medición)

45 aparato de medición: JNM-LA400 (fabricado por JEOL Ltd.)
 disolvente: cloroformo deuterado
 concentración de la muestra: 50 mg/ml
 frecuencia de observación: 400 MHz
 referencia de desplazamiento químico: TMS (tetrametilsilano)
 50 retardo del pulso: 2.904 segundos
 número de barridos: 64
 anchura del pulso: 45°
 temperatura de medición: 26°C

55 El contenido de enlace de vinilo se puede determinar a partir de la proporción del área total de los picos para el enlace 1,2 y el enlace 3,4 con respecto al área total de todos los picos asociados con la unidad de monómero de dieno conjugado (enlace 1,2, enlace 3,4 y enlace 1,4) entre los picos obtenidos.

<(1-13) Proporción de hidrogenación>

60 La proporción de hidrogenación de los dobles enlaces en la unidad de monómero de dieno conjugado en un copolímero de bloques se midió con un aparato de resonancia magnética nuclear (RMN) en las siguientes condiciones. En primer lugar, se añadió una gran cantidad de metanol a una solución de reacción después de una reacción de hidrogenación para precipitar el copolímero de bloques para la recuperación. A continuación, se extrajo el copolímero de bloques con acetona y la solución extraída se secó al vacío, y el producto resultante se utilizó como muestra para la medición por ^1H -RMN. Las condiciones para la medición por ^1H -RMN fueron las siguientes.

(Condiciones de medición)

- 5 aparato de medición: JNM-LA400 (fabricado por JEOL Ltd.)
 disolvente: cloroformo deuterado
 muestra de medición: productos muestreados antes y después de la hidrogenación del polímero
 concentración de la muestra: 50 mg/ml
 frecuencia de observación: 400 MHz
 referencia de desplazamiento químico: TMS (tetrametilsilano)
- 10 retardo del pulso: 2.904 segundos
 número de barridos: 64
 anchura del pulso: 45°
 temperatura de medición: 26°C

- 15 [(2): Medición de las propiedades físicas de la composición adhesiva]

(Preparación de la composición adhesiva - Ejemplos 1 a 20, ejemplos comparativos 1 a 13)

- 20 Cada una de las composiciones de copolímero de bloques en los ejemplos y ejemplos comparativos en una cantidad de 100 partes en masa se mezcló con 300 partes en masa de ARKON M100 (fabricado por Arakawa Chemical Industries, Ltd.) como agente de pegajosidad, 100 partes en masa de Diana Process Oil PW-90 (fabricado por Idemitsu Kosan Co., Ltd.) como agente de reblandecimiento y 1 parte en masa de 2-t-butil-6-(3-t-butil-2-hidroxi-5-metilbencil)-4-metilfenilacrilato como estabilizador, y la mezcla se amasó en estado fundido con una amasadora de presurización (modelo: DR0.5-3MB-E, fabricado por Moriyama Company Ltd.) a 180°C y 50 rpm durante 30 minutos
- 25 para obtener una composición adhesiva de fusión en caliente homogénea. Como polímero distinto del copolímero de bloques utilizado para las presentes realizaciones, se utilizaron combinados Kraton D1161 (copolímero de bloques de estireno-isopreno; fabricado por Kraton Performance Polymers, Inc.) y Quintac 3433N (copolímero de bloques de estireno-isopreno; fabricado por Zeon Corporation) en los ejemplos 16, 17 y 20 y el ejemplo comparativo 12.

- 30 (Preparación de la composición adhesiva - Ejemplos 21 a 29, ejemplos comparativos 14 a 18)

- 35 Cada una de las composiciones de copolímero de bloques en los ejemplos y ejemplos comparativos en una cantidad de 100 partes en masa se mezcló con 140 partes en masa de Quintone R100 (fabricado por Zeon Corporation) como agente de pegajosidad 2, 30 partes en masa de Process Oil NS-90S (fabricado por Idemitsu Kosan Co., Ltd.) como agente de reblandecimiento 2 y 3 partes en masa de 2-t-butil-6-(3-t-butil-2-hidroxi-5-metilbencil)-4-metilfenilacrilato como estabilizador, y la mezcla se amasó en estado fundido con una amasadora de presurización (modelo: DR0.5-3MB-E, fabricado por Moriyama Company Ltd.) a 190°C y 50 rpm durante 30 minutos para obtener una composición adhesiva de fusión en caliente homogénea. Como polímero distinto del copolímero de bloques utilizado para las presentes realizaciones, se utilizaron combinados Kraton D1161 (copolímero de bloques de estireno-isopreno; fabricado por Kraton Performance Polymers, Inc.), Tuftec H1221 (copolímero de bloques de estireno-butadieno hidrogenado; fabricado por Asahi Kasei Chemicals Corp.) y Quintac 3280 (fabricado por Zeon Corporation) en el ejemplo 27, en el ejemplo 28 y en el ejemplo 29, respectivamente.

- 45 (Preparación de la composición adhesiva - Ejemplos 30 a 38, ejemplos comparativos 19 a 22)

- 50 Cada una de las composiciones de copolímero de bloques en los ejemplos y ejemplos comparativos en una cantidad de 100 partes en masa se mezcló con 200 partes en masa de Quintone R100 (fabricado por Zeon Corporation) como agente de pegajosidad 2, 100 partes en masa de Diana Process Oil PW-90 (fabricado por Idemitsu Kosan Co., Ltd.) como agente de reblandecimiento 1 y 3 partes en masa de 2-t-butil-6-(3-t-butil-2-hidroxi-5-metilbencil)-4-metilfenilacrilato como estabilizador, y la mezcla se amasó en estado fundido con una amasadora de presurización (modelo: DR0.5-3MB-E, fabricado por Moriyama Company Ltd.) a 185°C y 50 rpm durante 30 minutos para obtener una composición adhesiva de fusión en caliente homogénea. Como polímero distinto del copolímero de bloques utilizado para las presentes realizaciones, se utilizaron combinados Kraton D1161 (copolímero de bloques de estireno-isopreno; fabricado por Kraton Performance Polymers, Inc.), Quintac 3433N (fabricado por Zeon Corporation) y SEPTON 2063 (copolímero de bloques de estireno-isopreno hidrogenado; fabricado por KURARAY CO., LTD.) en el ejemplo 36, en el ejemplo 37 y en el ejemplo 38, respectivamente.

<(2-1) Características de fusión de la composición adhesiva>

- 60 Cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 1 a 20 y de los ejemplos comparativos 1 a 13 se amasó con la amasadora de presurización (amasadora de modelo DR0.5-3MB-E, fabricada por Moriyama Company Ltd.) utilizada como aparato de mezcla a 160°C y 50 rpm, y se utilizó el tiempo en el que el valor promedio de la corriente (A) de la amasadora de presurización alcanzaba un valor de 0,5 A para el tiempo de fusión.

- 65 Cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 21 a 29 y de los ejemplos comparativos 14 a 18 se amasó con la amasadora de presurización a 180°C y 50 rpm, y se utilizó el tiempo en el que el valor promedio de la

corriente (A) de la amasadora de presurización alcanzaba un valor de 0,5 A para el tiempo de fusión.

5 Cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 30 a 38 y de los ejemplos comparativos 19 a 22 se amasó con la amasadora de presurización a 170°C y 50 rpm, y se utilizó el tiempo en el que el valor promedio de la corriente (A) de la amasadora de presurización alcanzaba un valor de 0,5 A para el tiempo de fusión.

Las características de fusión de cada composición adhesiva se evaluaron en base al tiempo de fusión mediante la utilización de los siguientes criterios de evaluación.

10 (Criterios de evaluación)

⊙: el tiempo de fusión fue menor de 15 minutos

O: el tiempo de fusión fue de 15 minutos o mayor y menor de 30 minutos

Δ: el tiempo de fusión fue de 30 minutos o mayor y menor de 60 minutos

X: el tiempo de fusión fue de 60 minutos o mayor

15

<(2-2) Viscosidad en estado fundido de la composición adhesiva>

20 La viscosidad en estado fundido de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 1 a 20 y de los ejemplos comparativos 1 a 13 se midió con un viscosímetro Brookfield (DV-III, fabricado por Brookfield Engineering) a una temperatura de 140°C.

25 La viscosidad en estado fundido de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 21 a 38 y de los ejemplos comparativos 14 a 22 se midió con un viscosímetro Brookfield (DV-III, fabricado por Brookfield Engineering) a una temperatura de 180°C.

25

<(2-3) Punto de reblandecimiento de la composición adhesiva>

30 El punto de reblandecimiento de cada una de las composiciones adhesivas se midió según la norma JIS-K2207. De manera específica, una fase prescrita de anillo lleno de muestra se soportó horizontalmente en glicerina; una bola que tenía un peso de 3,5 g se colocó en el centro de la muestra y se elevó la temperatura de la glicerina a una velocidad de 5°C/min; y se midió la temperatura a la que la muestra entró en contacto con la placa de fondo de la fase de anillo debido al peso de la bola como punto de reblandecimiento de la composición adhesiva.

35 <(2-4) Capacidad de recubrimiento de la composición adhesiva>

40 Cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 1 a 20 y de los ejemplos comparativos 1 a 13 se fundió y se dejó caer sobre una placa caliente calentada a 160°C, con la que se llevó a cabo el recubrimiento utilizando un aplicador calentado a 160°C. A continuación, se midió el porcentaje de área con rugosidades o irregularidades generadas con respecto al área total de la superficie recubierta con el adhesivo viscoso.

40

45 Cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 21 a 29 y de los ejemplos comparativos 14 a 18 se fundió y se dejó caer sobre una placa caliente calentada a 190°C, con la que se llevó a cabo el recubrimiento utilizando un aplicador calentado a 190°C. A continuación, se midió el porcentaje de área con rugosidades o irregularidades generadas con respecto al área total de la superficie recubierta con el adhesivo viscoso.

45

50 Cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 30 a 38 y de los ejemplos comparativos 19 a 22 se fundió y se dejó caer sobre una placa caliente calentada a 170°C, con la que se llevó a cabo el recubrimiento utilizando un aplicador calentado a 170°C. A continuación, se midió el porcentaje de área con rugosidades o irregularidades generadas con respecto al área total de la superficie recubierta con el adhesivo viscoso.

50

La capacidad de recubrimiento de cada una de las composiciones adhesivas se evaluó en base al porcentaje de área con irregularidades generadas mediante la utilización de los siguientes criterios de evaluación.

55 (Criterios de evaluación)

O: el porcentaje de área con rugosidades o irregularidades generadas fue de menos del 10% por área

Δ: el porcentaje de área con rugosidades o irregularidades generadas fue del 10% por área o más y de menos del 40% por área

X: el porcentaje de área con rugosidades o irregularidades generadas fue del 40% por área o más

60

(Preparación de cinta adhesiva sensible a la presión)

65 Cada una de las composiciones adhesivas que se había fundido se enfrió hasta temperatura ambiente y se disolvió en tolueno. Una película de poliéster se recubrió con la solución de tolueno resultante con la utilización de un aplicador y, a continuación, la película se mantuvo a temperatura ambiente durante 30 minutos y, a continuación, en un horno a 70°C durante 7 minutos para evaporar el tolueno por completo y, de este modo, se preparó una cinta

adhesiva sensible a la presión. El grosor del recubrimiento de la composición adhesiva fue de 50 µm (grosor del material de base: 50 µm) en los ejemplos 1 a 20 y los ejemplos comparativos 1 a 13, y el grosor del recubrimiento de la composición adhesiva fue de 25 µm (grosor del material de base: 38 µm) en los ejemplos 21 a 38 y los ejemplos comparativos 14 a 22.

5 <(2-5) Pegajosidad (pegajosidad en bucle) de la composición adhesiva>

10 Se preparó una cinta adhesiva sensible a la presión en bucle de 250 mm de longitud x 15 mm de anchura con la utilización de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 1 a 10 y 15 a 17 y de los ejemplos comparativos 1 a 5 y 10 a 12, de la manera descrita anteriormente. Se dejó que la cinta adhesiva sensible a la presión en bucle se adhiriera a una placa de PE (polietileno) en un área de contacto de 15 mm x 50 mm a una velocidad de adhesión de 500 mm/min durante un tiempo de adhesión de 3 segundos. A continuación, se desprendió la cinta adhesiva sensible a la presión de la placa de PE a una velocidad de desprendimiento de 500 mm/min para medir la resistencia al desprendimiento al ser desprendida.

15 Se preparó una cinta adhesiva sensible a la presión en bucle de 250 mm de longitud x 15 mm de anchura con la utilización de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 11 a 14 y 18 a 20 y de los ejemplos comparativos 6 a 9 y 13, de la manera descrita anteriormente. Se dejó que la cinta adhesiva sensible a la presión en bucle se adhiriera a una placa SUS (SUS304) en un área de contacto de 15 mm x 50 mm a una velocidad de adhesión de 500 mm/min durante un tiempo de adhesión de 3 segundos. A continuación, se desprendió la cinta adhesiva sensible a la presión de la placa SUS a una velocidad de desprendimiento de 500 mm/min para medir la resistencia al desprendimiento al ser desprendida.

20 Si la medición de la resistencia al desprendimiento (N/15 mm) fue de 10 o más, se determinó que la composición adhesiva tenía una pegajosidad excelente en la utilización práctica, y si fue de 7 o más, se determinó que tenía suficiente pegajosidad en la utilización práctica.

25 <(2-6) Pegajosidad (pegajosidad de bola) de la composición adhesiva>

30 Las pruebas se llevaron a cabo según un procedimiento de ensayo de pegajosidad de bola rodante según la norma JIS Z0237. Se preparó una cinta adhesiva sensible a la presión de 300 mm de longitud x 15 mm de anchura con la utilización de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 21 a 29 y de los ejemplos comparativos 14 a 18, de la manera descrita anteriormente. La cinta adhesiva sensible a la presión preparada se unió a un probador de pegajosidad de bola (fabricado por TESTER SANGYO CO., LTD.) que tenía un ángulo de 30° y se pegó una película de PET (grosor: 25 µ) sobre una pista a 10 cm de la posición de la bola. Además, se proporcionó una línea de referencia en una posición a 20 cm de la posición de la bola (10 cm desde el borde más bajo de la pista) sobre la cinta adhesiva sensible a la presión. Se dejó que una bola rígida (tamaño: 1/32 a 32/32 pulgadas) corriera hacia abajo desde la posición de la bola en la parte superior de la pendiente hacia la parte inferior de la pendiente. El valor numérico obtenido multiplicando el tamaño de la bola que se detuvo antes de la línea de referencia por 32 se definió como "número de bola" y se determinó el número máximo de bola para cada cinta adhesiva sensible a la presión.

35 Si el valor determinado de número de bola (No.) fue de 10 o más, se determinó que la composición adhesiva tenía una pegajosidad excelente en la utilización práctica, y si fue de 7 o más, se determinó que tenía suficiente pegajosidad en la utilización práctica.

40 <(2-7) Pegajosidad (pegajosidad a una sonda) de la composición adhesiva>

45 Se preparó una cinta adhesiva sensible a la presión de 30 mm longitud x 30 mm de anchura con la utilización de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 30 a 38 y de los ejemplos comparativos 19 a 22, de la manera descrita anteriormente. La cinta adhesiva sensible a la presión preparada se pegó sobre la superficie superior de un peso de 10 g (cilindro hueco) de un probador de pegajosidad en sonda (NTS-4800, fabricado por TESTER SANGYO CO., LTD.), de manera que la parte adhesiva sensible a la presión estaba en la parte inferior. A la parte adhesiva sensible a la presión, se dejó que un cilindro (fabricado de SUS) con un diámetro de 5 mmφ se adhiriera desde la parte inferior durante 1 para elevarse. A continuación, se midió la resistencia al desprendimiento cuando se desprendió el cilindro. Las velocidades de adhesión y desprendimiento fueron cada una de 10 mm/s.

50 Si la medición de la resistencia al desprendimiento (N/5 mmφ) fue de 2 o más, se determinó que la composición adhesiva tenía una pegajosidad excelente en la utilización práctica, y si fue de 1,5 o más, se determinó que tenía suficiente pegajosidad en la utilización práctica.

55

60

ES 2 686 731 T3

<(2-8) Fuerza de pegajosidad de la composición adhesiva>

5 Se preparó una cinta adhesiva sensible a la presión de 25 mm de anchura con la utilización de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 1 a 10 y 15 a 17 y de los ejemplos comparativos 1 a 5 y 10 a 12, de la manera descrita anteriormente. La cinta adhesiva sensible a la presión preparada se pegó sobre una placa de PE (polietileno) y se midió la resistencia al desprendimiento a 180° a una velocidad de desprendimiento de 300 mm/min.

10 Se preparó una cinta adhesiva sensible a la presión de 25 mm de anchura con la utilización de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 11 a 14 y 18 a 20 y de los ejemplos comparativos 6 a 9 y 13, de la manera descrita anteriormente. La cinta adhesiva sensible a la presión preparada se pegó sobre una placa SUS (SUS304) y se midió la resistencia al desprendimiento a 180° a una velocidad de desprendimiento de 300 mm/min.

15 Si la medición de la resistencia al desprendimiento (N/10 mm ϕ) fue de 10 o más, se determinó que la composición adhesiva tenía una fuerza de pegajosidad excelente en la utilización práctica, y si fue de 8,0 o más, se determinó que tenía suficiente fuerza de pegajosidad en la utilización práctica.

<(2-9) Fuerza de retención de la composición adhesiva>

20 Se preparó una cinta adhesiva sensible a la presión de 25 mm de anchura con la utilización de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 1 a 10 y 15 a 17 y de los ejemplos comparativos 1 a 5 y 10 a 12, de la manera descrita anteriormente. La cinta adhesiva sensible a la presión preparada se pegó sobre una placa de PE (polietileno) en un área de contacto de 25 mm x 25 mm. A continuación, se aplicó una carga de 1 kg en la dirección perpendicular a la cinta adhesiva sensible a la presión a 40°C y se midió el tiempo de retención hasta que la cinta adhesiva sensible a la presión se deslizó hacia abajo.

25 Se preparó una cinta adhesiva sensible a la presión de 25 mm de anchura con la utilización de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 11 a 14 y 18 a 20 y de los ejemplos comparativos 6 a 9 y 13, de la manera descrita anteriormente. La cinta adhesiva sensible a la presión preparada se pegó sobre una placa SUS (SUS304) en un área de contacto de 25 mm x 25 mm. A continuación, se aplicó una carga de 1 kg en la dirección perpendicular a la cinta adhesiva sensible a la presión a 40°C o 60°C y se midió el tiempo de retención hasta que la cinta adhesiva sensible a la presión se deslizó hacia abajo.

35 Se preparó una cinta adhesiva sensible a la presión de 25 mm de anchura con la utilización de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 21 a 29 y de los ejemplos comparativos 14 a 18, de la manera descrita anteriormente. La cinta adhesiva sensible a la presión preparada se pegó sobre una placa SUS (SUS304) en un área de contacto de 15 mm x 15 mm. A continuación, se aplicó una carga de 1 kg en la dirección perpendicular a la cinta adhesiva sensible a la presión a 50°C y se midió el tiempo de retención hasta que la cinta adhesiva sensible a la presión se deslizó hacia abajo.

40 Se preparó una cinta adhesiva sensible a la presión de 15 mm de anchura con la utilización de cada una de las composiciones adhesivas de los ejemplos 30 a 38 y de los ejemplos comparativos 19 a 22, de la manera descrita anteriormente. La cinta adhesiva sensible a la presión preparada se pegó sobre una placa SUS (SUS304) en un área de contacto de 15 mm x 25 mm. A continuación, se aplicó una carga de 1 kg en la dirección perpendicular a la cinta adhesiva sensible a la presión a 50°C y se midió el tiempo de retención hasta que la cinta adhesiva sensible a la presión se deslizó hacia abajo.

50 Para la fuerza de retención a 40°C, si el tiempo de retención fue de 300 minutos o más, se determinó que la composición adhesiva tenía una fuerza de retención excelente en la utilización práctica, y si fue de 200 minutos o más, se determinó que tenía una fuerza de retención suficiente en la utilización práctica. Para la fuerza de retención a 60°C, si el tiempo de retención fue de 20 minutos o más, se determinó que la composición adhesiva tenía una fuerza de retención excelente en la utilización práctica, y si fue de 10 minutos o más, se determinó que tenía una fuerza de retención suficiente en la utilización práctica.

55 Para la fuerza de retención a 50°C de los ejemplos 21 a 29 y de los ejemplos comparativos 14 a 18, si el tiempo de retención fue de 200 minutos o más, se determinó que la composición adhesiva tenía una fuerza de retención excelente en la utilización práctica, y si fue de 100 minutos o más, se determinó que tenía una fuerza de retención suficiente en la utilización práctica. Para la fuerza de retención a 50°C de los ejemplos 30 a 38 y los ejemplos comparativos 19 a 22, si el tiempo de retención fue de 20 minutos o más, se determinó que la composición adhesiva tenía una fuerza de retención excelente en la utilización práctica, y si fue de 10 minutos o más, se determinó que tenía una fuerza de retención suficiente en la utilización práctica.

<(2-10) Equilibrio entre la viscosidad en estado fundido y el comportamiento de adhesión viscosa>

65 El equilibrio entre la viscosidad en estado fundido y el comportamiento de adhesión viscosa se determinó en base al valor obtenido dividiendo el tiempo de retención (min) determinado en el punto (2-9) entre la medición de la viscosidad en estado fundido (mPa·s) en el punto (2-1). Si el valor obtenido dividiendo el tiempo de retención (min) a

40°C entre la medición de la viscosidad en estado fundido (mPa·s) fue de 0,2 o más, se determinó que la composición adhesiva presentaba un equilibrio excelente entre la viscosidad en estado fundido y el comportamiento de adhesión viscosa. Si el valor obtenido multiplicando el tiempo de retención (min) a 60°C dividido por la medición de la viscosidad en estado fundido (mPa·s) por 100 fue de 0,4 o más, se determinó que la composición adhesiva presentaba un equilibrio excelente entre la viscosidad en estado fundido y el comportamiento de adhesión viscosa.

Para los ejemplos 21 a 29 y los ejemplos comparativos 14 a 18, si el valor obtenido multiplicando el tiempo de retención (min) a 50°C dividido por la medición de la viscosidad en estado fundido (mPa·s) por 100 fue de 0,4 o más, se determinó que la composición adhesiva presentaba un equilibrio excelente entre la viscosidad en estado fundido y el comportamiento de adhesión viscosa. Para los ejemplos 30 a 38 y los ejemplos comparativos 19 a 22, si el valor obtenido multiplicando el tiempo de retención (min) a 50°C dividido por la medición de la viscosidad en estado fundido (mPa·s) por 100 fue de 0,5 o más, se determinó que la composición adhesiva presentaba un equilibrio excelente entre la viscosidad en estado fundido y el comportamiento de adhesión viscosa.

<(2-10) Índice de retención del índice de fluidez>

Para un indicador de la estabilidad térmica, se midieron el índice de fluidez (MFR1: temperatura de medición de 200°C, carga de 2,16 kg) de cada una de las composiciones adhesivas después de calentar a una temperatura de 200°C durante 5 minutos y el índice de fluidez (MFR2: temperatura de medición de 200°C, carga de 2,16 kg) de cada una de las composiciones adhesivas después de calentar a una temperatura de 200°C durante 60 minutos con un Melt Indexer L247 (TECHNOL SEVEN CO., LTD.). La velocidad de cambio del valor de MFR2 al valor de MFR1 se definió como el índice de retención de MFR.

Si el índice de retención fue del 98% o más, se determinó que la composición adhesiva tenía un índice de retención extremadamente excelente en la utilización práctica, si fue del 90% o más, se determinó que tenía un comportamiento excelente en la utilización práctica y si fue del 50% o más, se determinó que tenía un índice de retención suficiente en la utilización práctica.

<(2-11) Resistencia a la luz: velocidad de cambio de la fuerza de pegajosidad>

Para un indicador de la resistencia a la luz, se midió la fuerza de pegajosidad antes de la irradiación de luz (valor inicial) y después de la irradiación de luz con un Sunshine Weather Meter (modelo Sunshine Super Long Weather Meter CWEL-SUN-HCH-B, fabricado por Suga Test Instruments Co., Ltd.). En primer lugar, se preparó una cinta adhesiva sensible a la presión de 25 mm de anchura de la manera descrita anteriormente. La cinta adhesiva sensible a la presión preparada se pegó sobre una placa SUS (SUS304). Treinta minutos después de esto, la cinta adhesiva sensible a la presión se desprendió de la placa SUS a una velocidad de desprendimiento de 300 mm/min sin irradiación de luz y se midió la resistencia al desprendimiento a 180°.

Por separado, se pegó la cinta adhesiva sensible a la presión preparada sobre una placa SUS (SUS304) y se irradió la cara del material de base (película de PET transparente) con una luz durante 72 horas en condiciones de temperatura de panel negro de 63°C y sin lluvia. A continuación, la cinta adhesiva sensible a la presión se desprendió de la placa SUS a una velocidad de desprendimiento de 300 mm/min y se midió la resistencia al desprendimiento a 180°.

La velocidad de cambio de la resistencia al desprendimiento a 180° después de la irradiación de luz durante 72 horas con respecto al valor inicial se definió como la velocidad de cambio de la fuerza de pegajosidad. La velocidad de cambio de la fuerza de pegajosidad obtenida se evaluó utilizando los siguientes criterios de evaluación.

(Criterios de evaluación)

O: la velocidad de cambio de la fuerza de pegajosidad fue de menos de $\pm 50\%$
 X: la velocidad de cambio de la fuerza de pegajosidad fue de $\pm 50\%$ o más

<(2-12) Resistencia a la luz: residuos de adhesivo sobre el producto adherente>

En el punto anterior (2-11), se observó visualmente la superficie de la placa SUS de la que se desprendió la cinta adhesiva sensible a la presión después de la irradiación de luz y se evaluó el residuo de adhesivo en el producto adherente utilizando la siguiente criterios de evaluación.

(Criterios de evaluación)

O: No se hallaron residuos de adhesivo en la superficie después del desprendimiento en la observación visual y el contacto con los dedos
 X: Se halló un residuo de adhesivo en la superficie después del desprendimiento en la observación visual y el contacto con los dedos

[(3): Preparación del catalizador de hidrogenación]

Se preparó un catalizador de hidrogenación para utilizar en la preparación de una composición de copolímero de bloques hidrogenada en los ejemplos y ejemplos comparativos descritos más adelante, según el siguiente procedimiento. Se purgó un recipiente de reacción provisto de un agitador con nitrógeno y en el recipiente de reacción de 1 litro se cargó ciclohexano seco y purificado. A continuación, se añadieron al mismo 100 mmol de dicloruro de bis(η 5-ciclopentadienil)titanio. Mientras se agitaba enérgicamente, se añadió al mismo una solución de n-hexano que contenía 200 mmol de trimetilaluminio para permitir que reaccionara a temperatura ambiente durante aproximadamente 3 días. De este modo, se obtuvo un catalizador de hidrogenación.

[(4): Preparación de la composición de copolímero de bloques]

<Composición de copolímero de bloques 1>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.094 g de ciclohexano y 444 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 51°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,66 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 63°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 756 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 87°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,073 (0,64 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 25 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 78°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,3 g de metanol 25 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 1.

Con respecto a la composición de copolímero de bloques 1 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 36,7% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 10,8% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 36,5 mPa·s.

En la tabla 1 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 1.

<Composición de copolímero de bloques 2>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.109 g de ciclohexano y 456 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,66 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 62°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 744 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 85°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,060 (0,52 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 25 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 77°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,3 g de metanol 25 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 2.

Con respecto a la composición de copolímero de bloques 2 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 37,8% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 10,6% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 27,0

mPa·s.

En la tabla 1 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 2.

5 <Composición de copolímero de bloques 3>

10 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.123 g de ciclohexano y 468 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 3,00 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

15 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 63°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 732 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 89°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,060 (0,59 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 20 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 80°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,3 g de metanol 20 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

20 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 3.

25 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 3 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 38,7% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 10,7% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 24,5 mPa·s.

En la tabla 1 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 3.

35 <Composición de copolímero de bloques 4>

40 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.109 g de ciclohexano y 456 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,55 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

45 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 63°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 744 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 87°C, se añadió al mismo N,N,N',N'-tetrametilendiamina (en lo sucesivo, denominado "TMEDA"), de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,36 (1,67 g en peso), y 3 minutos adicionales después, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,60 (0,50 g en peso), para permitir la reacción de acoplamiento durante 40 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 73°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,2 g de metanol 40 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

50 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 4.

55 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 4 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 38,1% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 10,6% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 34,1 mPa·s.

En la tabla 1 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 4.

<Composición de copolímero de bloques 5>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 4.778 g de ciclohexano y 180 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 3,24 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 56°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1.020 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 86°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,123 (1,30 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 25 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 77°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,5 g de metanol 25 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 5.

Con respecto a la composición de copolímero de bloques 5 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 15,1% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 11,9% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 57,3 mPa·s.

En la tabla 1 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 5.

<Composición de copolímero de bloques 6>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.181 g de ciclohexano y 516 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 51°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,86 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 68°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 684 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 88°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,053 (0,50 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 25 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 79°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,5 g de metanol 25 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 6.

Con respecto a la composición de copolímero de bloques 6 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 43,2% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 10,5% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 30,5 mPa·s.

En la tabla 1 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 6.

<Composición de copolímero de bloques 7>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.066 g de ciclohexano y 420 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 55°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,12 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

- 5 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 64°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 780 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 89°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,053 (0,37 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 15 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 80°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,0 g de metanol 15 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.
- 10 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 7.
- 15 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 7 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 34,5% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 11,5% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 42,1 mPa·s.
- 20 En la tabla 1 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 7.
- <Composición de copolímero de bloques 8>
- 25 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.066 g de ciclohexano y 420 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 52°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 3,02 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.
- 30 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 62°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 780 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 88°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,120 (1,18 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 15 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 78°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,4 g de metanol 15 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.
- 35 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 8.
- 40 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 8 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 35,2% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 10,4% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 41,3 mPa·s.
- 45 En la tabla 1 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 8.
- 50 <Composición de copolímero de bloques 9>
- 55 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.066 g de ciclohexano y 420 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 52°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,08 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.
- 60 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 64°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 780 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 86°C, se añadió al mismo benzoato de etilo como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,15 (0,73 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 20 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 78°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,0 g de metanol 20 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.
- 65

5 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 9.

10 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 9 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 34,6% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 11,1% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 47,0 mPa·s.

En la tabla 2 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 9.

15 <Composición de copolímero de bloques 10>

20 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.181 g de ciclohexano y 516 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,57 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

25 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 65°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 684 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 89°C, se añadió al mismo benzoato de etilo como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,185 (1,11 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 20 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 81°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,2 g de metanol 20 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

30 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 10.

35 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 10 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 42,8% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 10,4% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 25,6 mPa·s.

40 En la tabla 2 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 10.

45 <Composición de copolímero de bloques 11>

50 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.008 g de ciclohexano y 372 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 54°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1,44 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

55 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 63°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 828 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 88°C, se añadió al mismo benzoato de etilo como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,375 (1,27 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 20 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 81°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 0,7 g de metanol 20 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

60 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 11.

65 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 11 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 30,5% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de

dieno conjugado fue del 11,6% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 330,0 mPa·s.

En la tabla 2 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 11.

5

<Composición de copolímero de bloques 12>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.008 g de ciclohexano y 456 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,55 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

10

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 62°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 828 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 85°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,06 (0,50 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 45 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 68°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,2 g de metanol 45 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

15

20

A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 12.

25

Con respecto a la composición de copolímero de bloques 12 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 38,3% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 11,3% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 27,0 mPa·s.

30

En la tabla 2 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 12.

35

<Composición de copolímero de bloques 13>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.181 g de ciclohexano y 516 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,76 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

40

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 64°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 684 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 89°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,06 (0,45 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 70 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 70°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,2 g de metanol 70 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

45

50

A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 13.

55

Con respecto a la composición de copolímero de bloques 13 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 42,2% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 10,4% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 32,0 mPa·s.

60

En la tabla 2 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 13.

<Composición de copolímero de bloques 14>

65

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con

nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.080 g de ciclohexano y 432 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 51°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,52 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

5 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 63°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 768 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 86°C, se
10 añadió al mismo metiltrietoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,175 (0,61 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 40 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 72°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,2 g de metanol 40 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

15 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 14.

20 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 14 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 35,9% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 11,2% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 49,2 mPa·s.

25 En la tabla 2 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 14.

<Composición de copolímero de bloques 15>

30 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.094 g de ciclohexano y 444 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,76 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

35 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 64°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 756 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 90°C, se
40 añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,70 (3,51 g en peso), y 3 minutos adicionales después, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,073 (0,66 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 35 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 76°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,3 g de metanol 35 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

45 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 15.

50 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 15 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 37,3% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 10,7% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 29,6 mPa·s.

55 En la tabla 2 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 15.

<Composición de copolímero de bloques 16>

60 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 4.778 g de ciclohexano y 180 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,35 (1,22 g en peso), y el contenido se calentó a 52°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1,92 g de n-butil litio
65 para iniciar la polimerización del estireno.

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 58°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1.020 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 89°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,060 (0,37 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 25 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 81°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 0,9 g de metanol 25 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 85°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 44,6% en masa.

A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 16.

Con respecto a la composición de copolímero de bloques 16 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 14,8% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 35,8% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 62,3 mPa·s.

En la tabla 3 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 16.

<Composición de copolímero de bloques 17>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.123 g de ciclohexano y 468 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,38 (1,90 g en peso), y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,76 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 62°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 85°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,053 (0,48 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 40 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 74°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,3 g de metanol 40 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 82°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 49,4% en masa.

A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 17.

Con respecto a la composición de copolímero de bloques 17 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 38,8% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 41,5% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 27,6 mPa·s.

En la tabla 3 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 17.

<Composición de copolímero de bloques 18>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con

5 nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.181 g de ciclohexano y 516 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,37 (2,13 g en peso), y el contenido se calentó a 48°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 3,18 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

10 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 64°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 684 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 89°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,063 (0,65 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 20 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 80°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,5 g de metanol 20 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

15 A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 84°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 48,8% en masa.

20 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 18.

25 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 18 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 43,4% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 38,8% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 24,3 mPa·s.

30 En la tabla 3 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 18.

35 <Composición de copolímero de bloques 19>

40 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.109 g de ciclohexano y 456 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,34 (2,02 g en peso), y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

45 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 64°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 744 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 91°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,063 (0,65 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 20 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 81°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,6 g de metanol 20 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

50 A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 100 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 87°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 72,3% en masa.

55 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 19.

60 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 19 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 37,6% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 40,8% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 61,6 mPa·s.

En la tabla 3 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 19.

<Composición de copolímero de bloques 20>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 4.994 g de ciclohexano y 360 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,20 (1,01 g en peso), y el contenido se calentó a 51°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,80 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 61°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 840 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 87°C, se añadió al mismo tetracloruro de silicio como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,063 (0,46 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 40 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 74°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,3 g de metanol 40 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 83°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 36,1% en masa.

A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 20.

Con respecto a la composición de copolímero de bloques 20 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 30,3% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 28,2% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 42,7 mPa·s.

En la tabla 3 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 20.

<Composiciones de copolímero de bloques 21, 22>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.066 g de ciclohexano y 420 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,37 (1,85 g en peso), y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,76 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 62°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 780 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 88°C, se añadió al mismo benzoato de etilo como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,15 (0,97 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 20 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 79°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 1,3 g de metanol 20 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

Del autoclave se sacó el 50% de la solución del copolímero de bloques obtenida y se añadió a la misma 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 21.

A la composición de copolímero de bloques restante en el autoclave, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de

hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 85°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 50,1% en masa.

5 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 22.

10 Con respecto a las composiciones de copolímero de bloques 21 y 22, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 35,2% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 40,9% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 29,6 mPa·s para el copolímero de bloques 21 y de 36,1 mPa·s para el copolímero de bloques 22.

15 En la tabla 3 se muestran otros valores de las propiedades físicas de las composiciones de copolímero de bloques 21 y 22.

<Composición de copolímero de bloques 23>

20 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 5.080 g de ciclohexano y 432 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y el contenido se calentó a 51°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,70 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

25 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 58°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 768 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 87°C, se añadió al mismo metiltriclorosilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,083 (0,53 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 10 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 78°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 0,9 g de metanol 10 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

35 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 23.

40 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 23 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 36,1% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 10,5% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 24,7 mPa·s.

45 En la tabla 3 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 23.

<Composición de copolímero de bloques 24>

50 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 4.793 g de ciclohexano y 192 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,27 (0,78 g en peso), y el contenido se calentó a 54°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1,58 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

55 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 58°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1.008 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 89°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,114 (0,59 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 20 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 83°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 0,4 g de metanol 20 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

65 A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una

presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 86°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 40,6% en masa.

5 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 24.

10 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 24 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 15,8% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 32,0% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 291,3 mPa·s.

15 En la tabla 4 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 20.

<Composición de copolímero de bloques 25>

20 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 4.793 g de ciclohexano y 192 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,20 (0,61 g en peso), y el contenido se calentó a 53°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1,68 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

25 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 58°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1.008 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 88°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,100 (0,55 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 40 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 71°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 0,4 g de metanol 40 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

35 A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 87°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 43,8% en masa.

40 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 25.

45 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 25 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 16,2% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 23,6% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 259,6 mPa·s.

50 En la tabla 4 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 25.

<Composición de copolímero de bloques 26>

55 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 4.807 g de ciclohexano y 204 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,25 (0,75 g en peso), y el contenido se calentó a 52°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1,66 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

60 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 55°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 996 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 82°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,133 (0,72 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante

65

15 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 78°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 0,5 g de metanol 15 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

5 A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 86°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 42,2% en masa.

10 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 26.

15 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 26 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 16,8% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 30,6% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 285,3 mPa·s.

20 En la tabla 4 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 26.

<Composición de copolímero de bloques 27>

25 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 4.807 g de ciclohexano y 204 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,26 (0,76 g en peso), y el contenido se calentó a 53°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1,61 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

30 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 56°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 996 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 83°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,250 (1,31 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 10 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 79°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 0,2 g de metanol 10 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

40 A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 83°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 41,3% en masa.

45 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 27.

50 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 27 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 16,5% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 30,2% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 539,2 mPa·s.

55 En la tabla 4 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 27.

<Composición de copolímero de bloques 28>

60 Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 4.879 g de ciclohexano y 264 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,26 (0,81 g en peso), y el contenido se calentó a 51°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1,72 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

65

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 56°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 936 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 86°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,129 (0,72 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 30 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 76°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 0,4 g de metanol 30 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 85°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 41,1% en masa.

A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 28.

Con respecto a la composición de copolímero de bloques 28 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 21,5% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 32,1% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 321,6 mPa·s.

En la tabla 4 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 28.

<Composición de copolímero de bloques 29>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 4.936 g de ciclohexano y 312 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,26 (0,81 g en peso), y el contenido se calentó a 50°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1,72 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 58°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 888 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 87°C, se añadió al mismo tetraetoxisilano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,123 (0,69 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 15 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 83°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 0,4 g de metanol 15 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 85°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 40,5% en masa.

A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 29.

Con respecto a la composición de copolímero de bloques 29 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 26,3% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 30,9% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 338,0 mPa·s.

En la tabla 4 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 29.

<Composición de copolímero de bloques 30>

Se lavó un autoclave de acero inoxidable de 10 litros provisto de un agitador y una camisa, se secó y se purgó con

5 nitrógeno, y en el autoclave se cargaron 4.793 g de ciclohexano y 192 g de estireno, que se habían purificado de antemano, y se añadió al mismo TMEDA, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,27 (1,00 g en peso), y el contenido se calentó a 51°C haciendo pasar agua caliente a través de la camisa. Posteriormente, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 2,04 g de n-butil litio para iniciar la polimerización del estireno.

10 La temperatura de la solución aumentó debido a la polimerización del estireno, y 5 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 55°C, se añadió al mismo una solución de ciclohexano que contenía 1.008 g de 1,3-butadieno y se dejó continuar la polimerización. El butadieno se polimerizó casi por completo y, 3 minutos después de que la temperatura de reacción alcanzara la temperatura máxima de 85°C, se añadió al mismo 1,3-bis(N,N'-diglicidilaminometil)ciclohexano como agente de acoplamiento, de manera que la proporción molar con respecto a la cantidad total molar del n-butil litio fue de 0,108 (1,25 g en peso) para permitir la reacción de acoplamiento durante 15 minutos. La temperatura de reacción promedio durante la reacción fue de 79°C. La reacción se desactivó mediante la adición de 0,5 g de metanol 15 minutos después de la adición del agente de acoplamiento.

20 A la composición de copolímero de bloques obtenida, se añadió adicionalmente el catalizador de hidrogenación, preparado de la manera descrita anteriormente, en una cantidad de 50 ppm en términos de Ti por cada 100 partes en masa del copolímero de bloques, y el producto resultante se sometió a una reacción de hidrogenación a una presión de hidrógeno de 0,8 MPa y una temperatura promedio de 86°C. La proporción de hidrogenación de la composición de copolímero de bloques obtenida fue del 40,9% en masa.

25 A la solución del copolímero de bloques obtenida, se añadió 3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo en una cantidad de 0,3 partes en masa en base a 100 partes en masa del copolímero de bloques, y la solución se agitó enérgicamente. A continuación, se eliminó el disolvente por calentamiento para obtener la composición de copolímero de bloques 30.

30 Con respecto a la composición de copolímero de bloques 30 obtenida, el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático fue del 16,1% en masa, el contenido promedio de enlaces de vinilo en la unidad de monómero de dieno conjugado fue del 29,5% en masa y la viscosidad en una solución de tolueno al 15% en masa fue de 187,9 mPa·s.

En la tabla 4 se muestran otros valores de las propiedades físicas de la composición de copolímero de bloques 30.

35 [Ejemplos 1 a 38 (el ejemplo 35 es un ejemplo de referencia), ejemplos comparativos 1 a 22]

40 Se obtuvo una composición adhesiva de fusión en caliente homogénea mediante la utilización de cada una de las composiciones de copolímero de bloques obtenidas del anterior, según el procedimiento descrito anteriormente para la preparación de una composición adhesiva. La composición adhesiva obtenida se evaluó según el procedimiento descrito anteriormente. Además, se obtuvo una cinta adhesiva sensible a la presión, según el procedimiento descrito anteriormente para la preparación de una cinta adhesiva sensible a la presión. La cinta adhesiva sensible a la presión obtenida se evaluó según el procedimiento descrito anteriormente. Los resultados de evaluación se muestran en las tablas 5 a 10.

45

[Tabla 1]

Composición de copolímero de bloques		1	2	3	4	5	6	7	8
Contenido de unidad de monómero de vinilo aromático (% en masa)		36,7	37,8	38,7	38,1	15,1	43,2	34,5	35,2
Evaluación γ	Contenido promedio de enlace de vinilo en una unidad de monómero de dieno conjugado (% en masa)	10,7	10,6	10,4	10,5	11,7	10,3	11,1	10,3
Evaluación δ	Contenido promedio de enlace de vinilo en una unidad de monómero de dieno conjugado (% en masa)	10,8	10,6	10,7	10,6	11,9	10,5	11,5	10,4
Viscosidad en una solución de tolueno al 15% (mPa·s)		36,5	27,0	24,5	34,1	57,3	30,5	42,1	41,3
Evaluación α	Contenido del componente (b) (% en masa)	27,0	22,9	22,7	23,1	30,2	20,0	17,8	40,2
	Peso molecular promedio en peso (10000 x)	5,1	5,0	4,5	5,3	6,2	4,8	6,5	4,5
	Componente (a)	17,7	16,8	15,0	18,6	20,5	17,1	20,7	14,3
	Componente (b-1):(b-2):(b-3)	ND:15,2:20,5	ND:14,8:19,9	ND:13,8:18,2	10,5:16,1:21,7	ND:18,3:23,9	ND:15,0:20,1	ND:19,3:25,5	ND:13,2:18,2
Evaluación β	Proporción del peso molecular promedio en peso (b-1):(a):(b-2):(a):(b-3):(a)	ND:2,98:4,02	ND:2,96:3,98	ND:3,06:4,04	1,98:3,04:4,09	ND:2,95:3,86	ND:3,12:4,19	ND:2,97:3,92	ND:2,93:4,04
	Proporción del área (b-1):(b-2):(b-3)	0:0,55:0,45	0:0,62:0,38	0:0,71:0,29	0,11:0,30:0,59	0:0,65:0,35	0:0,61:0,39	0:0,81:0,19	0:0,78:0,22
	Contenido del componente (b) (% en masa)	27,4	23,3	23,2	23,6	30,6	20,4	18,3	40,7
Evaluación β	Componente (a)	5,3	5,1	4,6	5,5	6,3	4,9	6,6	4,7
	Componente (b)	17,5	16,6	14,8	18,3	20,4	16,9	20,5	14,2
	Componente (b-1):(b-2):(b-3)	10,4:15,3:20,5	9,9:14,8:19,8	ND:13,3:17,6	10,7:16,0:21,1	12,5:18,8:24,3	ND:14,3:19,1	ND:18,9:25,1	9,3:13,4:17,8
Proporción del peso molecular promedio en peso (b-1):(a):(b-2):(a):(b-3):(a)		1,96:2,89:3,87	1,94:2,90:3,88	ND:2,90:3,83	1,94:2,91:3,84	1,98:2,95:3,86	ND:2,91:3,89	ND:2,87:3,80	1,98:2,85:3,79
Proporción del área (b-1):(b-2):(b-3)		0,07:0,49:0,44	0,06:0,57:0,37	0:0,72:0,28	0,12:0,29:0,59	0:0,7:0,58:0,35	0:0,62:0,38	0:0,80:0,20	0,06:0,71:0,23

*ND; no detectado

[Tabla 2]

Composición de copolímero de bloques		9	10	11	12	13	14	15
Contenido de unidad de monómero de vinilo aromático (% en masa)		34,6	42,8	30,5	38,3	42,2	35,9	37,3
Evaluación γ	Contenido promedio de enlace de vinilo en una unidad de monómero de dieno conjugado (% en masa)	10,9	10,2	11,3	11,2	10,4	11,0	10,5
Evaluación δ	Contenido promedio de enlace de vinilo en una unidad de monómero de dieno conjugado (% en masa)	11,1	10,4	11,6	11,3	10,4	11,2	10,7
	Viscosidad en una solución de tolueno al 15% (mPa·s)	47,0	25,6	330,0	27,0	32,0	49,2	29,6
Evaluación α	Contenido del componente (b) (% en masa)	28,6	35,7	73,4	22,7	24,0	46,1	26,3
	Peso molecular promedio en peso (10000 x)	6,6	5,3	10,2	5,3	5,1	5,5	5,0
	Componente (a)	13,6	11,1	19,4	19,7	20,0	14,6	16,1
	Componente (b)	13,6:ND:ND	11,1:ND:ND	19,4:ND:ND	ND:16,0:20,9	ND:ND:20,0	11,0:15,2:ND	10,2:14,8:20,7
	Proporción del peso molecular promedio en peso (b-1)/(a):(b-2)/(a)	2,06:ND:ND	2,09:ND:ND	1,90:ND:ND	ND:3,02:3,94	ND:ND:3,92	2,00:2,76:ND	2,04:2,96:4,14
	Proporción del área (b-1):(b-2):(b-3)	1:0:0	1:0:0	1:0:0	0:0,24:0,76	0:0:1	0,51:0,49:0	0,31:0,49:0,20
Evaluación β	Contenido del componente (b) (% en masa)	29,1	36,1	73,7	23,2	24,4	46,6	26,7
	Peso molecular promedio en peso (10000 x)	6,8	5,5	10,1	5,4	5,3	5,7	5,2
	Componente (a)	13,4	10,9	19,6	19,6	20,0	14,1	15,6
	Componente (b)	13,4:ND:ND	10,9:ND:ND	19,6:ND:ND	ND:15,7:20,6	ND:ND:20,0	11,2:16,2:ND	10,1:15,1:20,3
	Proporción del peso molecular promedio en peso (b-1)/(a):(b-2)/(a):(b-3)/(a)	1,97:ND:ND	1,98:ND:ND	1,95:ND:ND	ND:2,91:3,82	ND:ND:3,78	1,97:2,85:ND	1,94:2,91:3,90
	Proporción del área (b-1):(b-2):(b-3)	1:0:0	1:0:0	1:0:0	0:0,23:0,77	0:0:1	0,49:0,51:0	0,30:0,49:0,21

*[ND]; no detectado

[Tabla 3]

Composición de copolímero de bloques		16	17	18	19	20	21	22	23
Contenido de unidad de monómero de vinilo aromático (% en masa)		14,8	38,8	43,4	37,6	30,3	35,2	35,2	36,1
Evaluación γ	Contenido promedio de enlace de vinilo en una unidad de monómero de dieno conjugado (% en masa)	35,4	41,3	38,4	40,2	28,3	40,7	40,7	10,4
Evaluación δ	Contenido promedio de enlace de vinilo en una unidad de monómero de dieno conjugado (% en masa)	35,8	41,5	38,8	40,8	28,2	40,9	40,9	10,5
Proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado (% en masa)		44,6	49,4	48,8	72,3	36,1	0,0	50,1	0,0
Viscosidad en una solución de tolueno al 15% (mPa·s)		62,3	27,6	24,3	61,6	42,7	29,6	36,1	24,7
Contenido del componente (b) (% en masa)		22,4	20,8	26,1	21,0	24,3	28,7	28,7	24,3
Evaluación α	Peso molecular promedio en peso (10000 x)	7,1	4,9	4,3	4,0	5,1	5,2	5,2	5,0
	Componente (a)	22,4	18,1	11,4	12,1	20,7	11,2	11,2	15,7
	Componente (b)	14,0;21,3;28,5	9,8;14,6;20,8	8,8;12,5;16,3	8,3;12,2;15,9	ND;ND;20,7	11,2;ND;ND	11,2;ND;ND	ND;15,7;ND
Proporción del peso molecular promedio en peso (b-1)/(a):(b-2)/(a):(b-3)/(a)		1,97:3,00:4,01	2,00:2,98:4,24	2,05:2,91:3,79	2,08:3,05:3,98	ND;ND:4,06	2,15;ND;ND	2,15;ND;ND	ND:3,14;ND
Proporción del área (b-1):(b-2):(b-3)		0,11:0,62:0,27	0,09:0,31:0,60	0,14:0,70:0,16	0,15:0,73:0,12	0:0:1	1:0:0	1:0:0	0:1:0
Contenido del componente (b) (% en masa)		22,7	21,2	26,4	21,5	24,7	29,1	29,1	24,8
Evaluación β	Peso molecular promedio en peso (10000 x)	7,3	5,0	4,3	4,2	5,3	5,4	5,4	5,2
	Componente (a)	22,3	17,8	11,4	12,0	20,5	10,9	10,9	15,4
	Componente (b)	14,2;20,9;28,0	9,8;14,2;19,7	8,5;12,1;15,9	8,3;12,1;16,1	ND;ND:20,5	10,9;ND;ND	10,9;ND;ND	ND:15,4;ND
Proporción del peso molecular promedio en peso (b-1)/(a):(b-2)/(a):(b-3)/(a)		1,95:2,86:3,83	1,96:2,84:3,94	1,98:2,82:3,70	1,97:2,87:3,84	ND;ND:3,89	2,02;ND;ND	2,02;ND;ND	ND:2,96;ND
Proporción del área (b-1):(b-2):(b-3)		0,10:0,61:0,29	0,08:0,31:0,61	0,16:0,71:0,14	0,16:0,73:0,11	0:0:1	1:0:0	1:0:0	0:1:0

*ND; no detectado

[Tabla 4]

Composición de copolímero de bloques		24	25	26	27	28	29	30
Contenido de unidad de monómero de vinilo aromático (% en masa)		15,8	16,2	16,8	16,5	21,5	26,3	16,1
Evaluación γ	Contenido promedio de enlace de vinilo en una unidad de monómero de dieno conjugado (% en masa)	31,3	23,1	30,2	29,8	31,8	30,7	29,5
Evaluación δ	Contenido promedio de enlace de vinilo en una unidad de monómero de dieno conjugado (% en masa)	32,0	23,6	30,6	30,2	32,1	30,9	29,5
Proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado (% en masa)		40,6	43,8	42,2	41,3	41,1	40,5	40,9
Viscosidad en una solución de tolueno al 15% (mPa.s)		291,3	259,6	285,3	539,2	321,6	338,0	187,9
Evaluación α	Contenido del componente (b) (% en masa)	40,7	31,3	41,3	71,7	42,1	40,9	38,8
	Componente (a)	10,2	9,5	9,7	10,2	9,3	8,9	7,1
	Componente (b)	31,8	32,7	28,9	29,3	31,1	27,5	23,9
	Componente (b-1):(b-2):(b-3)	20,6:29,6:40,6	20,0:27,7:38,6	20,2:28,1:38,7	20,5:28,9:40,2	18,5:27,3:37,3	18,2:26,8:34,9	14,3:21,4:27,6
	Proporción del peso molecular promedio en peso (b-1)/(a):(b-2)/(a):(b-3)/(a)	2,02:2,90:3,98	2,1:2,92:4,06	2,08:2,90:3,99	2,01:2,83:3,94	1,99:2,94:4,01	2,05:3,01:3,92	2,02:3,02:3,88
Proporción del área (b-1):(b-2):(b-3)		0,12:0,66:0,22	0,10:0,39:0,51	0,10:0,82:0,08	0,13:0,82:0,05	0,08:0,51:0,41	0,13:0,77:0,10	0,11:0,31:0,58
Evaluación β	Contenido del componente (b) (% en masa)	41,1	31,8	41,7	71,9	42,5	41,3	39,3
	Componente (a)	10,3	9,5	9,8	10,2	9,4	9,0	7,2
	Componente (b)	31,7	32,4	28,9	29,0	30,9	27,2	23,8
	Componente (b-1):(b-2):(b-3)	21,0:30,8:41,1	19,5:28,3:38,1	20,1:29,3:39,0	20,4:29,6:40,1	18,9:27,9:37,1	18,3:27,0:35,0	14,3:20,9:27,7
	Proporción del peso molecular promedio en peso (b-1)/(a):(b-2)/(a):(b-3)/(a)	2,04:2,99:3,99	2,05:2,98:4,01	2,05:2,95:3,98	2,00:2,90:3,93	2,01:2,97:3,95	2,03:3,00:3,89	1,99:2,90:3,85
Proporción del área (b-1):(b-2):(b-3)		0,13:0,66:0,21	0,11:0,39:0,50	0,11:0,82:0,07	0,14:0,82:0,04	0,08:0,52:0,40	0,12:0,78:0,10	0,12:0,32:0,56

*ND; no detectado

[Tabla 5]

		Ejemplo										Ejemplo comparativo									
Composición de copolímero de bloques	Componente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2	3	4	5	10				
		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100			
Agente de pegajosidad 1 (partes en masa)	Cantidad mezclada (partes en masa)	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300				
Agente de reblandecimiento 1 (partes en masa)		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100				
Características de fusión		⊙	⊙	⊙	⊙	○	⊙	○	○	⊙	⊙	○	⊙	×	○	○	⊙				
Viscosidad en estado fundido a 140°C (mPa·s)		1.290	1.060	1.030	1.280	1.510	1.480	1.890	1.660	1.240	1.460	2.370	1.430	21.000	1.680	2.160	1.050				
Punto de restablecimiento (°C)		84,7	83,7	80,0	84,5	80,1	86,2	88,1	87,5	85,3	85,8	92	87,3	105,2	96,1	86,2	78,9				
Capacidad de recubrimiento		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○	○	○				
Características de pegajosidad; producto adherente de PE		22,7	12,2	11,1	14,7	17,1	15,2	13,3	11,3	9	7,8	10,6	16,6	6,3	6,1	10,8	12,7				
Fuerza de pegajosidad en bucle (N/15 mm)		10,1	8,9	9,1	11,3	10,4	10,9	9,6	12,1	8,2	9,3	9,3	9,7	11,3	9,2	9,8	8,6				
Fuerza de retención a 40°C (min)		780	289	488	680	378	448	521	615	249	293	411	262	1190	117	395	181				
Fuerza de retención en estado fundido a 140°C (-)		0,60	0,27	0,47	0,53	0,25	0,30	0,28	0,37	0,20	0,20	0,17	0,18	0,06	0,07	0,18	0,17				

[Tabla 6]

		Ejemplo				Ejemplo comparativo			
		11	12	13	14	6	7	8	9
Composición de copolímero de bloques	Componente	16	17	18	19	20	21	22	9
	Cantidad mezclada (partes en masa)	100	100	100	100	100	100	100	100
Agente de pegajosidad 1 (partes en masa)		300	300	300	300	300	300	300	300
Agente de reblandecimiento 1 (partes en masa)		100	100	100	100	100	100	100	100
Características de fusión		○	○	○	○	○	⊙	○	○
Viscosidad en estado fundido a 140°C (mPa·s)		2,310	1.800	1.980	2.480	2.440	1.530	1.960	2,370
Punto de reblandecimiento (°C)		87,3	88,8	91,3	89,8	90,3	85,5	85,5	92
Capacidad de recubrimiento		○	○	○	○	○	○	○	○
Características de pegajosidad; producto adherente de SUS304	Pegajosidad (pegajosidad en bucle) (N/15 mm)	15,3	13,9	12,9	11,5	12,8	20,6	15,2	26,7
	Fuerza de pegajosidad (N/10 mm)	12,3	13,3	14,3	15,3	13,9	12,7	14,3	12
	Fuerza de retención a 40°C (min)	1180	1258	2210	1830	980	210	890	264
	Fuerza de retención a 60°C (min)	10,8	16,1	24,5	21,3	8,6	3,2	5,6	3,6
Fuerza de retención a 60°C/ Viscosidad en estado fundido a 140°C (-)		0,47	0,89	1,24	0,86	0,35	0,21	0,29	0,15
Estabilidad térmica	Índice de retención de MFR (%)	96,5	95,6	96,3	99,6	96,1	45,4	95,4	61,3

[Tabla 7]

		Ejemplo			Ejemplo comparativo	
		15	16	17	11	12
Composición de copolímero de bloques		1	1	1	11	11
	Cantidad mezclada (partes en masa)	75	75	75	75	75
	Componente	9	D1161	Q3433N	9	D1161
	Cantidad mezclada (partes en masa)	25	25	25	25	25
Agente de pegajosidad 1 (partes en masa)		300	300	300	300	300
Agente de reblandecimiento 1 (partes en masa)		100	100	100	100	100
Características de fusión		○	○	○	×	×
Viscosidad en estado fundido a 140°C (mPa·s)		1.590	1.890	1.680	16.890	17.100
Punto de reblandecimiento (°C)		86,1	82,3	80,9	102,3	96,4
Capacidad de recubrimiento		○	○	○	×	×
Características de pegajosidad; producto adherente de PE	Pegajosidad (pegajosidad en bucle) (N/15 mm)	18,9	17,3	18,1	7,1	10,3
	Fuerza de pegajosidad (N/10 mm)	9,4	9,8	10,9	10,8	12,5
	Fuerza de retención a 40°C (min)	663	431	359	878	786
Fuerza de retención a 40°C/ Viscosidad en estado fundido a 140°C (-)		0,42	0,23	0,21	0,05	0,05

*D1161: Kraton D1161 (fabricado por Kraton Performance Polymers, Inc.)

*Q3433N: Quintac 3433N (fabricado por Zeon Corporation)

[Tabla 8]

		Ejemplo			Ejemplo comparativo
		18	19	20	13
Composición de copolímeros de bloques	Componente	17	17	17	10
	Cantidad mezclada (partes en masa)	75	75	75	75
	Componente	10	1	D1161	11
	Cantidad mezclada (partes en masa)	25	25	25	25
Agente de pegajosidad 1 (partes en masa)		300	300	300	300
Agente de reblandecimiento 1 (partes en masa)		100	100	100	100
Características de fusión		○	○	○	○
Viscosidad en estado fundido a 140°C (mPa·s)		1.760	1.690	2.230	6.580
Punto de reblandecimiento (°C)		88,3	85,7	84,6	93,1
Capacidad de recubrimiento		○	○	○	○
Características de pegajosidad; producto adherente de SUS304	Pegajosidad (pegajosidad en bucle) (N/15 mm)	17,3	15,1	13,8	10,2
	Fuerza de pegajosidad (N/10 mm)	14,5	14,9	12,9	13,7
	Fuerza de retención a 40°C (min)	896	1097	685	1354
	Fuerza de retención a 60°C (min)	12,9	12,5	11,3	21,3
Fuerza de retención a 60°C/ Viscosidad en estado fundido a 140°C (-)		0,73	0,74	0,51	0,32
Estabilidad térmica	Índice de retención de MFR (%)	95,7	95,4	97,6	40,2

*D1161: Kraton D1161 (fabricado por Kraton Performance Polymers, Inc.)

[Tabla 9]

Composición de copolímero de bloques	Ejemplo											Ejemplo comparativo				
	21	22	23	24	25	26	27	28	29	14	15	16	17	18		
Componente	24	25	26	28	30	24	24	28	24	D1161	9	20	22	22		
Cantidad mezclada (partes en masa)	100	100	100	100	100	50	50	75	50	100	100	100	100	50		
Componente	-	-	-	-	-	9	D1161	H1221	Q3280	-	-	-	-	9		
Cantidad mezclada (partes en masa)	-	-	-	-	-	50	50	25	50	-	-	-	-	50		
Agente de pegajosidad 2 (partes en masa)	140	140	140	140	140	140	140	140	140	140	140	140	140	140		
Agente de reblandecimiento 2 (partes en masa)	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30		
Características de fusión	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○		
Viscosidad en estado fundido a 180°C (mPa·s)	31.200	28.600	30.100	31.900	31.100	21.300	32.800	30.200	31.700	34.700	10.300	13.900	12.600	11.700		
Punto de reblandecimiento (°C)	121	113	117	135	136	112	128	129	131	130	108	134	119	125		
Capacidad de recubrimiento	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○		
Características de pegajosidad; producto adherente de SUS304	14	13	11	9	10	8	11	12	10	8	2 o menos	4	2 o menos	2 o menos		
Fuerza de retención a 50°C (min)	243	178	135	215	321	128	154	181	144	98	86	198	253	122		
Fuerza de retención a 50°C/Viscosidad en estado fundido a 180°C×100 (-)	0,78	0,62	0,45	0,67	1,03	0,6	0,47	0,6	0,45	0,28	0,83	1,42	0,2	0,1		
Resistencia a la luz	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	○	○	○		
Residuo de adhesión en el producto adherente	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	○	○	○		

*D1161: Kraton D1161 (fabricado por Kraton Performance Polymers, Inc.)

*H1221: Tuftec H1221 (fabricado por Asahi Kasei Chemicals Corp.)

*Q3280: Quintac 3280 (fabricado por Zeon Corporation)

[Tabla 10]

	Ejemplo														Ejemplo comparativo				
	30	31	32	33	34	35**	36	37	38	19	20	21	22						
Composición de copolímero de bloques	Componente																		
	Cantidad mezclada (partes en masa)																		
	Componente																		
Cantidad mezclada (partes en masa)																			
Agente de pegajosidad 2 (partes en masa)	200	200	200	200	200	140	200	200	200	200	200	200	200	200					
Agente de reblandecimiento 2 (partes en masa)	100	100	100	100	100	30	100	100	100	100	100	100	100	100					
Características de fusión	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○					
Viscosidad en estado fundido a 180°C (mPa·s)	2,410	2,780	2,930	2,860	1,790	3,680	2,970	2,250	2,380	1,790	2,850	790	1,320						
Punto de reblandecimiento (°C)	84	91	95	98	87	109	86	84	92	83	96	87	88						
Capacidad de recubrimiento	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○						
Características de pegajosidad; producto adherente de SUS304	1,9	2,2	2,6	2,3	1,7	1,6	1,9	2	2,1	1,7	0	0	0,9						
Fuerza de retención a 50°C (min)	15	19	25	38	18	26	19	14	17	7	11	3	5						
Fuerza de retención a 50°C/Viscosidad en estado fundido a 180°C × 100 (-)	0,62	0,68	0,85	1,33	1	0,71	0,64	0,62	0,71	0,39	0,39	0,38	0,38						
Resistencia a la luz	Velocidad de cambio de la fuerza de pegajosidad (%)																		
	Residuo de adhesión en el producto adherente																		
	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○					
	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○					

*D1161: Kraton D1161 (fabricado por Kraton Performance Polymers, Inc.)

*Q3433N: Quintac 3433N (fabricado por Zeon Corporation)

*S2063: SEPTON 2063 (fabricado por KURARAY CO., LTD.)

** solo para referencia, no pertenece a la presente invención

5 Se observó que cualquiera de las composiciones adhesivas de los ejemplos 1 a 10 y 15 a 17 tenía buenas características adhesivas viscosas, incluyendo pegajosidad en bucle (pegajosidad), fuerza de pegajosidad y fuerza de retención a 40°C, y tenía un equilibrio de comportamiento excelente entre la viscosidad en estado fundido y la fuerza de retención a 40°C. Además, se observó que cualquiera de las composiciones adhesivas de los ejemplos 11 a 14 y 18 a 20 tenía una buena fuerza de retención a 60°C y estabilidad térmica, además del comportamiento anterior, y tenía un equilibrio de comportamiento excelente entre la viscosidad en estado fundido y la fuerza de retención a 40°C

10 Se observó que cualquiera de las composiciones adhesivas de los ejemplos 21 a 29 tenía buenas características adhesivas viscosas, incluyendo pegajosidad a bola (pegajosidad) y fuerza de retención a 50°C, y tenía un equilibrio de comportamiento excelente entre la viscosidad en estado fundido y la fuerza de retención a 50°C, y la resistencia a la luz.

15 Se observó que cualquiera de las composiciones adhesivas de los ejemplos 30 a 38 (el ejemplo 25 sólo para referencia) tenía buenas características adhesivas viscosas, incluyendo pegajosidad a una sonda (pegajosidad) y fuerza de retención a 50°C, y tenía un equilibrio de comportamiento excelente entre la viscosidad en estado fundido y la fuerza de retención a 50°C, y la resistencia a la luz.

20 Aplicabilidad industrial

25 La composición adhesiva, según la presente invención, se puede utilizar para diversas cintas adhesivas sensibles a la presión, láminas adhesivas sensibles a la presión, películas adhesivas sensibles a la presión, etiquetas adhesivas sensibles a la presión, placas delgadas sensibles a la presión, láminas sensibles a la presión, láminas protectoras de superficies, películas protectoras de superficies, productos de higiene, adhesivos de soporte para la fijación de diversos artículos de plástico moldeados de peso ligero, adhesivos de soporte para la fijación de una alfombra, adhesivos de soporte para la fijación de un azulejo, adhesivos o similares, y, en particular, tiene aplicación industrial como adhesivo viscoso para las cintas adhesivas sensibles a la presión, láminas adhesivas sensibles a la presión, películas adhesivas sensibles a la presión, etiquetas adhesivas sensibles a la presión, láminas protectoras de superficies, películas protectoras de superficies y productos de higiene.

30

REIVINDICACIONES

1. Composición de copolímero de bloques que comprende:
 el 50% en masa o más y el 90% en masa o menos de un componente (a), y el 10% en masa o más y el 50 % en
 5 masa o menos de un componente (b), en la que
 el componente (a) es un copolímero de bloques que comprende un bloque de polímero (A) que comprende
 principalmente una unidad de monómero de vinilo aromático y un bloque de polímero (B) que comprende
 principalmente una unidad de monómero de dieno conjugado, en el que el copolímero de bloques tiene un peso
 molecular promedio en peso de 30.000 o superior y de 150.000 o inferior;
 10 el componente (b) es un copolímero de bloques que comprende un bloque de polímero (A) que comprende
 principalmente una unidad de monómero de vinilo aromático y un bloque de polímero (B) que comprende
 principalmente una unidad de monómero de dieno conjugado;
 el componente (b) comprende un componente (b-2) en una proporción de peso molecular promedio en peso con
 respecto al peso molecular promedio en peso del componente (a) de 2,5 o más y de menos de 3,4, y un componente
 15 (b-3) en una proporción de peso molecular promedio en peso con respecto al peso molecular promedio en peso del
 componente (a) de 3,4 o más y de menos de 4,5; y
 el contenido de la unidad de monómero de vinilo aromático en el componente (a) y el componente (b) es del 10% al
 50% en masa en base a la cantidad total del componente (a) y el componente (b).
- 20 2. Composición de copolímero de bloques, según la reivindicación 1, que tiene una viscosidad en una solución de
 tolueno al 15% en masa de 10 mPa·s a 90 mPa·s.
3. Composición de copolímero de bloques, según la reivindicación 1, que tiene una viscosidad en una solución de
 tolueno al 15% en masa mayor que 90 mPa·s y de 600 mPa·s o menos.
- 25 4. Composición de copolímero de bloques, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el componente
 (b) comprende, además, un componente (b-1) en una proporción de peso molecular promedio en peso con respecto
 al peso molecular promedio en peso del componente (a) de 1,5 o más y de menos de 2,5.
- 30 5. Composición de copolímero de bloques, según la reivindicación 4, en la que la proporción del área para el
 componente (b-1) en una curva de elución de CPG con respecto al área total para el componente (b) es de 0,6 o
 menos.
- 35 6. Composición de copolímero de bloques, según la reivindicación 4, en la que la proporción del área para el
 componente (b-1) en una curva de elución de CPG con respecto al área total para el componente (b) es de 0,2 o
 menos.
7. Composición de copolímero de bloques, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que
 la proporción del área para el componente (b-2) en una curva de elución de CPG con respecto al área total para el
 40 componente (b) es de 0,1 a 0,97, y
 la proporción del área para el componente (b-3) en una curva de elución de CPG con respecto al área total para el
 componente (b) es de 0,03 a 0,9.
- 45 8. Composición de copolímero de bloques, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que el componente
 (b) tiene un peso molecular promedio en peso de 60.000 o superior y de 600.000 o inferior.
9. Composición de copolímero de bloques, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que
 el componente (a) es un copolímero de bloques representado por (A-B) y/o (A-B)X, en las que A representa un
 bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un agente de
 50 acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización, y
 el componente (b) es un copolímero de bloques representado por (A-B)₃X y la fórmula (A-B)₄X, en las que A
 representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un
 agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización.
- 55 10. Composición de copolímero de bloques, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que
 el componente (a) es un copolímero de bloques representado por (A-B) y/o (A-B)X, en las que A representa un
 bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un agente de
 acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización, y
 60 el componente (b) es un copolímero de bloques representado por (A-B)₂X, (A-B)₃X y la fórmula (A-B)₄X, en las que A
 representa un bloque de polímero (A); B representa un bloque de polímero (B); y X representa un residuo de un
 agente de acoplamiento o un residuo de un iniciador de la polimerización.
11. Composición de copolímero de bloques, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en la que
 el contenido del componente (a) es del 70% en masa o más y del 90% en masa o menos, y
 65 el contenido del componente (b) es del 10% en masa o más y del 30% en masa o menos.

12. Composición de copolímero de bloques, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en la que el contenido del componente (a) es del 50% en masa o más y de menos del 70% en masa, y el contenido del componente (b) es de más del 30% en masa y del 50% en masa o menos.
- 5 13. Composición de copolímero, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en la que la proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado en el componente (a) y el componente (b) es del 20% en masa al 70% en masa.
- 10 14. Composición de copolímero, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en la que la proporción de hidrogenación en la unidad de monómero de dieno conjugado en el componente (a) y el componente (b) es de más del 70% en masa.
15. Composición adhesiva que comprende:
100 partes en masa de la composición de copolímero de bloques, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14;
15 de 50 a 400 partes en masa de un agente de pegajosidad; y
de 10 a 200 partes en masa de un agente de reblandecimiento.

Fig. 1

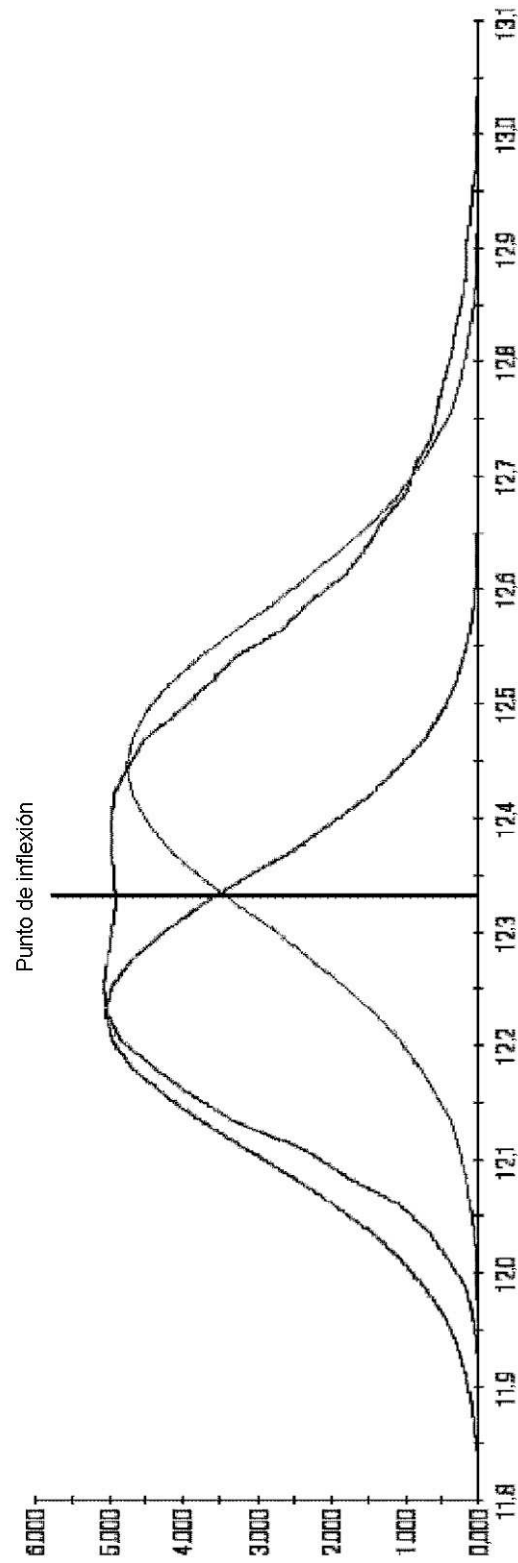


Fig. 2

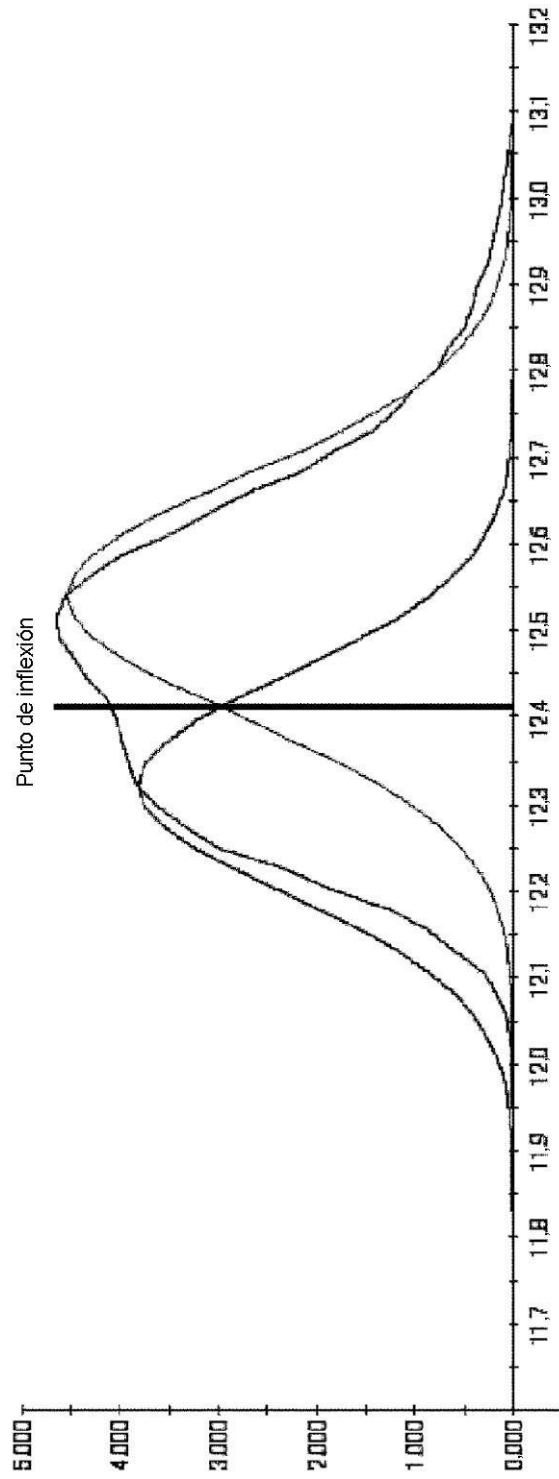


Fig. 3

