



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 762 234

51 Int. CI.:

C09J 123/12 (2006.01) **C08J 5/18** (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: 25.07.2012 PCT/US2012/048131

(87) Fecha y número de publicación internacional: 07.02.2013 WO13019507

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 25.07.2012 E 12820003 (7)

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 30.10.2019 EP 2739695

(54) Título: Adhesivos y uso de los mismos

(30) Prioridad:

04.08.2011 US 201161515013 P

Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **22.05.2020**

(73) Titular/es:

HENKEL IP & HOLDING GMBH (100.0%) Henkelstrasse 67 40589 Düsseldorf , US

(72) Inventor/es:

THATCHER, JENNIFER; HU, YUHONG y DESAI, DARSHAK

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

DESCRIPCIÓN

Adhesivos y uso de los mismos

5 Campo de la invención

10

15

30

35

40

50

65

La presente invención se refiere a un adhesivo de alto contenido de polímero para uso en artículos no tejidos. El adhesivo es útil en artículos absorbentes desechables tales como pañales, artículos de higiene femenina, artículos para incontinencia para adultos, protectores interiores, protectores de cama, almohadillas industriales y similares.

Antecedentes de la invención

Generalmente, un artículo absorbente desechable, como un pañal, tiene varios adhesivos porque diversas partes del artículo requieren una funcionalidad diferente: los adhesivos centrales agregan resistencia a la almohadilla del pañal cuando está mojado; los adhesivos de construcción unen la lámina posterior impermeable a las almohadillas absorbentes no tejidas; y los adhesivos elásticos unen las patas, la cintura y las láminas laterales del panel. A la vez que los adhesivos antes mencionados realizan diferentes funciones, todos ellos típicamente requieren cantidades significativas de agentes que aumentan la pegajosidad y/o diluyentes para ser útiles como adhesivos.

Los adhesivos a base de olefinas se han usado típicamente como adhesivos de núcleo y construcción. Si bien se usan ampliamente, los adhesivos a base de olefina requieren grandes cantidades de adhesivos y plastificantes para ser adhesivos eficaces para artículos absorbentes. Por ejemplo, los adhesivos a base de polímeros de etileno y olefina modificados con etileno y/o ácido maleico típicamente requieren más del 30% en peso de adhesivos y/o diluyentes. El uso de altos niveles de aceite en adhesivos puede conducir a la migración de aceite fuera de los sustratos a temperatura elevada.

Los adhesivos de poli-α-olefinas atácticas amorfas (APAO) se usan ampliamente como adhesivos de construcción para no tejidos. Estos adhesivos se eligen típicamente como adhesivos de construcción y/o núcleo, y no se seleccionan como adhesivos elásticos.

Se ha utilizado una mezcla de polímeros de polietileno atáctico e isotáctico (IPP) y una mezcla de polipropileno atáctico y sindiotáctico (SPP) para equilibrar la fuerza cohesiva y adhesiva del adhesivo. Incluso con las propiedades equilibradas de la fuerza cohesiva y adhesiva, los adhesivos anteriores no tienen las características de rendimiento requeridas para un adhesivo elástico.

Si bien la tecnología reciente de polímeros ha introducido polímeros de olefina en bloque que permiten una mejor resistencia a la fluencia, se requieren grandes cantidades de plastificantes de bajo peso molecular en los adhesivos, y esto impide el rendimiento de la fluencia a temperaturas elevadas. La cantidad de polímero de olefina en bloque en el adhesivo es inferior a aproximadamente 50% en peso, preferiblemente inferior a 30% en peso, y lo más preferiblemente inferior a aproximadamente 20% en peso, con base en el peso total del adhesivo. Los adhesivos hechos con polímeros que tienen bloques de estructura isotáctica regular, interdispersados por segmentos de estructura atáctica, aún requieren al menos 30 y hasta 70% en peso de un adhesivo, con base en el peso total de los adhesivos.

Debido al rendimiento elástico insuficiente, muchos adhesivos elásticos disponibles en el mercado están basados en copolímeros de bloques de estireno. Los adhesivos hechos de tales copolímeros de bloque están fácilmente disponibles y se describen en la técnica. El bloque duro de estirenos se ancla al sustrato y mantiene su forma, lo que permite la elasticidad. Sin embargo, los adhesivos a base de estireno también requieren grandes cantidades de adhesivo y/o diluyentes para equilibrar la temperatura y la viscosidad de la aplicación.

Si bien se conocen adhesivos de bajo contenido cristalino (menos del 10%) basados en buteno poli-a-olefina, tales adhesivos no son adecuados para sustratos elásticos debido a su rigidez.

Sigue habiendo una necesidad en la técnica de adhesivos rentables con cohesión deseable y resistencia a la fluencia con bajo contenido de adhesivos y plastificantes. La presente invención aborda esta necesidad.

Breve resumen de la invención

La invención proporciona nuevos adhesivos, métodos para usar los adhesivos para unir sustratos entre sí y un artículo desechable que comprende los adhesivos. Se ha descubierto que un adhesivo con alto contenido de polímero puede formularse con una mezcla de polímeros catalizados con metaloceno y un copolímero de polibuteno amorfo olefínico. Dichos adhesivos contienen al menos 70% en peso de la mezcla de polímeros.

En una realización, el adhesivo de la presente invención comprende (a) al menos 70% en peso de una mezcla de polímeros, que comprende (i) un polímero de polipropileno catalizado con metaloceno que tiene un intervalo de densidad de 0.70 a 0.91 g/cm³, una viscosidad en estado fundido menos de 50000 mPas (cP) a 190°C, y un índice de

polidispersidad de menos de 3, y (ii) un copolímero atáctico amorfo seleccionado del grupo que consiste en copolímero de polibuteno, copolímero de polipropileno y mezclas de los mismos, que tiene una viscosidad de 500 a 10000 mPas (cP) determinado de acuerdo con ASTM D3236; (b) menos del 30% en peso, pero preferiblemente no el 0% en peso, de un agente de pegajosidad y/o diluyente, (c) al menos un antioxidante; y d) opcionalmente hasta 10% en peso de una cera. Los componentes del adhesivo se suman al 100% en peso del adhesivo. El adhesivo tiene una viscosidad inferior a 11000 mPas (centipoise) a 150°C de acuerdo con ASTM D3236.

Sin embargo, en una realización preferida, el polímero de polipropileno catalizado con metaloceno del adhesivo elástico es un homopolímero o copolímero de polipropileno isotáctico.

En otra realización, el polímero de polipropileno catalizado con metaloceno del adhesivo es un homopolímero o copolímero de polipropileno atáctico.

Otra realización de la invención está dirigida a un artículo desechable que comprende los adhesivos descritos aquí. Los artículos de fabricación abarcados por la invención son artículos desechables, preferiblemente prendas desechables para el cuidado personal, tales como pañales, toallas sanitarias, almohadillas para incontinencia, almohadillas de cama, almohadillas femeninas, protectores de bragas, protectores de carne y similares.

Otra realización de la invención se dirige a un método para formar un artículo mediante (1) aplicando un adhesivo sobre un sustrato a una temperatura de 140°C a 160°C y (2) enfriando el adhesivo a temperatura ambiente, en donde el adhesivo enfriado tiene un rendimiento de fluencia de menos del 40% después de aplicar un 300% de deformación sobre el adhesivo enfriado a 38°C durante aproximadamente 4 horas. El adhesivo comprende (a) al menos 70% en peso de una mezcla de polímeros, que comprende (i) un polímero de polipropileno catalizado con metaloceno que tiene un rango de densidad de 0.70 a 0.91 g/cm³, una viscosidad de fusión inferior a 50000 mPas (cP) a 190°C y un índice de polidispersidad de menos de 3, y (ii) un copolímero de polibutileno y/o polipropileno atáctico amorfo; y (b) menos del 30% en peso de un agente de pegajosidad y/o diluyente; y el adhesivo tiene una viscosidad inferior a aproximadamente 11000 mPas (centipoise, cP) a 150°C y ASTM C3236 y el peso total se suma al 100% en peso.

Descripción detallada de la invención

5

10

15

30

45

50

55

Todos los porcentajes en peso (% en peso) se calculan a partir del peso total del adhesivo, y el peso total del adhesivo es 100% en peso.

El término "polímero" como se usa en el presente documento, se refiere a homopolímeros o copolímeros. Los copolímeros son cualquier polímero que tenga al menos dos monómeros.

El término "polímero catalizado con metaloceno" como se usa en el presente documento, se refiere a homopolímero catalizado con metaloceno o copolímeros catalizados con metaloceno.

40 El término "polímero de propileno catalizado con metaloceno" como se usa en el presente documento, se refiere a homopolímero de propileno catalizado con metaloceno o copolímeros de propileno catalizado con metaloceno.

El adhesivo de la presente invención comprende al menos 70% en peso de una mezcla de polímeros. La mezcla de polímeros es una mezcla de (i) un polímero de polipropileno catalizado con metaloceno y (ii) un copolímero de polibuteno atáctico amorfo y/o polipropileno.

Los polímeros catalizados con metaloceno se polimerizan mediante catalizadores de metaloceno que imparten estrechas distribuciones de peso molecular y composición y estereoespecificidad. La distribución estrecha de peso molecular se refiere al bajo índice de polidispersidad (PDI), que es el peso molecular promedio en peso (Mw) dividido por el peso molecular promedio en número (Mn). El rango PDI para los polímeros catalizados con metaloceno es inferior a 3.

En una realización, el polímero catalizado con metaloceno preferido es un homopolímero de polipropileno catalizado con metaloceno o un copolímero de polipropileno catalizado con metaloceno con un comonómero. En otra realización, el comonómero del copolímero de polipropileno catalizado con metaloceno es un comonómero de α-olefina C₂, C₄-C₁₀. Aún en otra realización, el comonómero es un etileno y/o butileno.

El rango de densidad del polímero de polipropileno catalizado con metaloceno varía de 0.70 a 0.91 g/cm³.

60 En otra realización, el polímero de polipropileno catalizado con metaloceno es bajo en peso molecular y bajo en su módulo. En un aspecto, el peso molecular varía de aproximadamente 10000 a aproximadamente 200000 Daltons, con una distribución molecular de aproximadamente 1 a aproximadamente 4.

El polímero de polipropileno catalizado con metaloceno tiene un rango de temperatura de fusión de aproximadamente 38°C a aproximadamente 104°C, y su rango de viscosidad de fusión de aproximadamente 200 a 100000000 mPas (cP) a 190°C.

Es preferible que la viscosidad en estado fundido del polímero de polipropileno catalizado con metaloceno a 190°C oscile entre aproximadamente 500 y 50000 mPas (cP). Ejemplos de polímeros de polipropileno catalizados con metaloceno incluyen L-MODU™ X400S, X600S y X901S de Idemitsu.

En otra realización, el polímero tiene un índice de fluidez superior a 50g/10 min a 230°C y 2.16kg de peso. Los polímeros de polipropileno catalizados con metaloceno de ejemplo incluyen la serie Vistamaxx 2000 de ExxonMobil.

En otro aspecto, el módulo del polímero de polipropileno catalizado con metaloceno varía de aproximadamente 20 a aproximadamente 500 MPa a 80°C.

5

15

20

25

30

35

40

60

Aún en otra realización, el polímero de polipropileno catalizado con metaloceno es isotáctico, donde los sustituyentes están ubicados en el mismo lado de la cadena principal del polímero. Los polímeros isotácticos son generalmente semicristalinos y a menudo forman una configuración de hélice. El polímero de polipropileno catalizado con metaloceno particularmente preferido tiene una isotacticidad de rango medio.

Los homopolímeros y copolímeros amorfos son polímeros producidos por catalizadores Ziegler-Natta. Con los catalizadores Ziegler-Natta, los polímeros amorfos producidos tienen rangos de peso molecular y distribuciones de composición más amplios. Los polímeros amorfos producidos con catalizadores Ziegler-Natta son no estereoespecíficos, por ejemplo, atácticos en su morfología. Los polímeros amorfos catalizados por Ziegler-Natta según la presente invención son atácticos. El PDI de los polímeros amorfos varía de 3 a 10. Los polímeros amorfos preferidos tienen un intervalo PDI de 5 a 6.

Los polímeros amorfos son polímeros de poli-α-olefina que tienen un rango de viscosidad de fusión superior a 500 mPas (cP) a 10000, preferiblemente 500 mPas (cP) a 3,000 mPas (cP) a 190°C (determinado de acuerdo con ASTM D3236).

El polímero amorfo de poli-α-olefina es polibuteno amorfo y/o copolímeros de polipropileno amorfo. El comonómero del polibuteno es el comonómero de α-olefina C₂-C₃ y C₅-C₁₀. El comonómero del polibuteno es el comonómero de α-olefina C₃. El comonómero del polipropileno es el comonómero de α-olefina C₂ y C₄-C₁₀. En un aspecto, el comonómero del polipropileno es el comonómero de α-olefina C₂. Los copolímeros de poli-α-olefina amorfos de ejemplo incluyen las series REXtac® E y RT de Rextac; Serie Vestoplast® de Evonik; y la serie Eastoflex ™ de Eastman, y similares.

En otra realización, la relación del polímero de polipropileno catalizado con metaloceno al polímero amorfo está en el intervalo de 1:10 a aproximadamente 1:1.

El adhesivo comprende además un agente de pegajosidad y/o un diluyente. El adhesivo deseable puede formularse con menos del 30% en peso, menos del 25% en peso, menos del 23% en peso o menos del 20% en peso, pero preferiblemente más del 0% en peso de un adhesivo y/o diluyente.

Los adhesivos de ejemplo tienen un punto de ablandamiento de anillo y bola, típicamente medido de acuerdo con ASTM E28-58T, mayor que 80°C. En otra realización, el adhesivo comprende un agente de pegajosidad con un punto de ablandamiento de anillo y bola superior a 100°C.

Las resinas adhesivas útiles pueden incluir cualquier resina o mezclas compatibles, tales como resinas de hidrocarburos de petróleo alifáticos; y resinas de hidrocarburos de petróleo aromáticos y sus derivados hidrogenados, que tienen un punto de ablandamiento, según lo determinado por el método ASTM E28-58T, superior a 80°C; colofonias naturales y modificadas que incluyen, por ejemplo, colofonia, goma de madera, colofonia de aceite alto, colofonia destilada, colofonia hidrogenada, colofonia dimerizada, resinatos y colofonia polimerizada; ésteres de glicerol y pentaeritritol de colofonias naturales y modificadas, que incluyen, por ejemplo, el éster de glicerol de colofonia pálida, de madera, el éster de glicerol de colofonia hidrogenada, el éster de glicerol de colofonia polimerizada, el éster de pentaeritritol de colofonia hidrogenada y el fenólico modificado éster de pentaeritritol de colofonia; copolímeros y terpolímeros de terpenos naturales, que incluyen, por ejemplo, estireno/terpeno y alfa metilestireno/terpeno; resinas de politerpeno; y resinas de terpeno fenólicas modificadas y derivados hidrogenados de las mismas que incluyen, por ejemplo, el producto de resina resultante de la condensación, en un medio ácido, de un terpeno bicíclico y un fenol.

Ejemplos de adhesivos alifáticos hidrogenados particularmente adecuados incluyen la serie Escorez® 1000 de Exxon Mobil Chemicals, la serie Arkon P de Arakawa y la serie Regalite S1100 de Eastman Chemical. También se incluyen las resinas C₅ cíclicas o acíclicas y las resinas acíclicas o cíclicas modificadas aromáticamente, y los ejemplos incluyen las series Escorez® 2000 y 5000 de Exxon Mobil. El ejemplo de colofonias y derivados de colofonia disponibles comercialmente que podrían usarse para practicar la invención incluye la serie SYLVALITE RE disponible de Arizona Chemical. Ejemplos de resinas de politerpeno disponibles comercialmente incluyen las series Piccolyte S, C, F y A de Pinova. El politerpeno particularmente preferido es Piccolyte S115.

65 Los adhesivos preferidos son las resinas de hidrocarburos sintéticos. Se incluyen hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos, hidrocarburos aromáticos, hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos modificados aromáticamente y

mezclas de los mismos. Ejemplos no limitantes incluyen resinas derivadas de olefinas alifáticas tales como las disponibles de Exxon con el nombre comercial y la serie Escorez®. Las series Eastotac de Eastman también son útiles en la invención. Los preferidos para esta invención son Escorez 5400 de Exxon y Eastotac grados H100R y H130R de Eastman Chemical.

5

Ejemplos no limitantes incluyen resinas derivadas de olefinas alifáticas tales como las disponibles de Exxon con el nombre comercial y la serie Escorez®. Las series Eastotac de Eastman también son útiles en la invención.

10

También son útiles las resinas de hidrocarburos aromáticos derivados de olefinas aromáticas/alifáticas C₉ y disponibles de Sartomer y Cray Valley bajo el nombre comercial Norsolene y de la serie Rutgers de resinas de hidrocarburos aromáticos TK.

15

El alfa metilestireno, como la serie Kristalex de Eastman Chemicals, la serie Sylvares SA con un punto de ablandamiento de anillo y bola superior a 80°C de productos químicos de Arizona, también son útiles como adhesivos en la invención. Pueden ser necesarias mezclas de dos o más resinas adhesivas descritas para algunas formulaciones.

20

Se pueden mezclar pequeñas cantidades de adhesivos alquilfenólicos con agentes adhesivos adicionales detallados anteriormente para mejorar el rendimiento a alta temperatura de estos adhesivos. Los alquilfenólicos añadidos en menos del 20% en peso del peso total del adhesivo son compatibles y en la combinación adecuada aumentan el rendimiento del adhesivo a alta temperatura. Los alquilfenólicos están disponibles comercialmente en Arakawa Chemical con el nombre comercial de Tamanol y en varias líneas de productos de Schenectady International.

25

Los diluyentes de ejemplo incluyen plastificantes. Los plastificantes adecuados incluyen aceite, polibutenos, poliisobutileno, benzoatos, ésteres adípicos y similares. Los plastificantes particularmente preferidos incluyen polibutenos y poliisobutilenos, aceite mineral, aceites alifáticos, oligómeros de olefina y polímeros de bajo peso molecular, aceite vegetal, aceites animales, aceite parafínico, aceite nafténico, aceite aromático éter éster parcial de cadena larga, alquil monoésteres, aceites epoxidizados, dialquil diésteres, diésteres aromáticos, alquil éter monoéster y mezclas de los mismos.

30

Deseablemente, los adhesivos de la presente invención también pueden contener al menos un estabilizador y/o al menos un antioxidante. Estos compuestos se agregan para proteger el adhesivo de la degradación causada por la reacción con el oxígeno inducida por elementos tales como el calor, la luz o el catalizador residual de las materias primas como la resina adhesiva.

35

40

Entre los estabilizadores o antioxidantes aplicables incluidos en este documento se encuentran los fenoles impedidos de alto peso molecular y los fenoles multifuncionales tales como el fenol que contiene azufre y fósforo. Los fenoles impedidos son bien conocidos por los expertos en la técnica y se pueden caracterizar como compuestos fenólicos que también contienen radicales estéricamente voluminosos muy cerca del grupo hidroxilo fenólico de los mismos. En particular, los grupos butilo terciarios generalmente están sustituidos en el anillo de benceno en al menos una de las posiciones orto en relación con el grupo hidroxilo fenólico. La presencia de estos radicales sustituidos estéricamente voluminosos en la vecindad del grupo hidroxilo sirve para retardar su frecuencia de estiramiento y, en consecuencia, su reactividad; este obstáculo proporciona al compuesto fenólico sus propiedades estabilizadoras. Los fenoles impedidos representativos incluyen; 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxibencil)-benceno; pentaeritritil tetrakis-3(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)-propionato; n-octadecil-3(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)-propionato; metilenbis(2,6-tert-butil-fenol); 4,4'-tiobis(6-tert-butil-o-cresol); 2,6-di-tercbutilfenol; 6-(4-hidroxifenoxi) -2,4-bis (noctiltio)-1,3,5 triazina; 3,5-di-tert-butil-4-hidroxibenzoato de di-(n-octiltio)etilo; y hexa[3- (3,5-di-tert-butil-4-hidroxi-fenil)propionato] de sorbitol.

45

50 Dichos antioxidantes están disponibles comercialmente en Ciba Specialty Chemicals e incluyen Irganox® 565, 1010, 1076 y 1726, que son fenoles impedidos. Estos son antioxidantes primarios que actúan como captadores de radicales y se pueden usar solos o en combinación con otros antioxidantes como los antioxidantes de fosfito como Irgafos® 168 disponible de Ciba Specialty Chemicals. Los catalizadores de fosfito se consideran catalizadores secundarios y generalmente no se usan solos. Estos se utilizan principalmente como descomponedores de peróxido. Otros 55 catalizadores disponibles son Cyanox® LTDP disponible de Cytec Industries y Ethanox® 330 disponible de Albemarle Corp. Muchos de estos antioxidantes están disponibles para usarse solos o en combinación con otros antioxidantes. Estos compuestos se agregan a los fundidos calientes en pequeñas cantidades, típicamente menos de aproximadamente 10% en peso, y no tienen efecto sobre otras propiedades físicas. Otros compuestos que podrían agregarse que tampoco afectan las propiedades físicas son los pigmentos que agregan color o agentes fluorescentes, por mencionar solo un par de ellos. Aditivos como estos son conocidos por los expertos en la materia.

60

Los adhesivos de la invención pueden comprender opcionalmente aditivos, tales como ceras, pigmentos, colorantes

65

Las ceras adecuadas para su uso en los adhesivos incluyen ceras de parafina, ceras microcristalinas, ceras de polietileno, ceras de polipropileno, subproductos de ceras de polietileno, ceras de Fischer-Tropsch, ceras de Fischer-

Tropsch oxidadas y ceras funcionalizadas tales como ceras de hidroxiestearamida y ceras de amida grasa. Las ceras de polietileno de bajo peso molecular de alta densidad, subproductos ceras de polietileno y las ceras de Fischer-Tropsch se denominan convencionalmente ceras sintéticas de alto punto de fusión.

- Cuando se usa, el componente de cera típicamente estará presente en cantidades de hasta aproximadamente 10% en peso. Los adhesivos que comprenden un componente de cera comprenderán más típicamente de aproximadamente 0.5 a aproximadamente 5% en peso de una cera. Las ceras preferidas tienen una temperatura de fusión entre 49°C y 121°C, más preferiblemente entre 66°C y 120°C, y lo más preferible entre 82°C y 115°C.
- Dependiendo de los usos finales contemplados de los adhesivos, otros aditivos tales como pigmentos, colorantes y cargas añadidos convencionalmente a los adhesivos de fusión en caliente pueden incorporarse en cantidades menores, es decir, hasta aproximadamente un 10% en peso, en las formulaciones de la presente invención.
- Si bien los adhesivos hechos de polímeros catalizados con metaloceno tienden a tener un PDI estrecho, buena 15 capacidad de pulverización y alta fuerza cohesiva, también tienen alta viscosidad, rigidez y requieren grandes cantidades de pegamento y aceite. Por otro lado, los adhesivos hechos de olefinas amorfas catalizadas por Ziegler-Natta tienden a tener un alto contenido de polímero y baja viscosidad, sin embargo, la capacidad de pulverización y la fuerza cohesiva se deterioran. Una mera combinación de los dos polímeros exacerba las desventajas de cada uno de los polímeros. Tal combinación da como resultado un adhesivo con bajo contenido de polímero, alta viscosidad, alto 20 PDI y, a veces, incluso incompatibilidad. Sorprendentemente, los adhesivos con diluyentes mínimos y/o fuerzas cohesivas pegajosas y buenas pueden realizarse con mezclas específicas de polímeros catalizados con metaloceno y polímeros amorfos catalizados por Ziegler-Natta. A saber, una combinación de un polímero de polipropileno catalizado con metaloceno que tiene un rango de densidad de 0.70 a 0.91 g/cm3 y un rango de viscosidad de fusión de 1000 a 10000 mPas (cP) a 190°C con un polibuteno amorfo catalizado por Ziegler-Natta y/o el polímero de 25 polipropileno da como resultado un sistema de polímero compatible que permite diluyentes y adhesivos mínimos con buenas fuerzas de cohesión. El adhesivo de la invención requiere menos del 30% en peso, menos del 25% en peso, menos del 23% en peso o menos del 20% en peso de un agente adhesivo y/o diluyente para lograr una resistencia a la fluencia aceptable.
- Las composiciones adhesivas de la presente invención se preparan mezclando los componentes en una masa fundida a una temperatura de aproximadamente 170°C para formar una mezcla homogénea. Se conocen varios métodos de mezcla en la técnica y cualquier método que produzca una mezcla homogénea. Luego, la mezcla se enfría y se puede formar en gránulos o bloques para almacenamiento o envío. Estos adhesivos preformados se pueden recalentar para aplicar sobre sustratos.

35

40

- La aplicación de adhesivos de fusión en caliente es bien conocida por un experto en la materia. Los adhesivos de la presente invención pueden aplicarse a un sustrato deseado mediante cualquier método conocido en la técnica, e incluyen, sin limitación, revestimiento con rodillo, pintura, cepillado en seco, revestimiento por inmersión, pulverización, revestimiento de hebras, revestimiento por ranura, pulverización por remolino, impresión (por ejemplo, impresión por chorro de tinta), flexográfica, extrusión, pulverización atomizada, huecograbado (transferencia de rueda de patrón), electrostática, deposición de vapor, fibrización y/o serigrafía. Para aplicaciones de revestimiento, se pueden aplicar varios patrones, como continuo, intermitente, Signature y similares, a sustratos elásticos.
- Se describe un método para unir un sustrato a un sustrato similar o diferente. El método comprende aplicar al menos a un primer sustrato un adhesivo fundido de la presente invención, poner un segundo sustrato en contacto con el adhesivo aplicado al primer sustrato, y permitir que la composición se solidifique, de este modo el primer y segundo sustrato se unen entre sí, en donde el adhesivo de la presente invención comprende preferiblemente (a) al menos 70% en peso de una mezcla de polímeros que comprende (i) un polímero de polipropileno catalizado con metaloceno que tiene un intervalo de densidad de 0.70 a 0.91 g/cm³, una viscosidad de fusión inferior a 50000 mPas (cP) a 190° C y un índice de polidispersidad de menos de 3 y (ii) un copolímero de polibutileno atáctico amorfo; y (b) menos del 30% en peso de un agente de pegajosidad y/o diluyente, en donde la relación del (i) polímero de polipropileno catalizado con metaloceno al (ii) copolímero de polibutileno atáctico amorfo está en el rango de 1:10 a aproximadamente 1:1, en donde el adhesivo tiene una viscosidad inferior a 11000 mPas (centipoise) a 150°C y ASTM D3226, y el peso total del adhesivo es 100% en peso. Los sustratos pueden ser iguales o diferentes. Se pueden unir múltiples sustratos con el adhesivo.
 - "Sustratos", como se usa en el presente documento, comprende películas poliméricas tales como, pero sin limitación: poliolefina; poliéster; poliuretano; poliamida; poliacrilato; o combinaciones de los mismos, incluyendo copolímeros aleatorios, de bloque o de injerto tales como copolímeros de bloque de poliéster-b-poliuretano, copolímeros de bloque de poliéter-b-poliuretano, copolímeros de bloque de estireno y/o copolímeros de bloque de poliéter-b-poliamida. Ejemplos de hebras elásticas incluyen LYCRA, un hilo elastomérico multifilamento vendido por Invista, Inc., GLOSPAN, una hebra elástica fabricada por Globe Manufacturing Company y Confi-Fit™, de Fulflex.
- Para aquellos compuestos que comprenden adhesivo, "resistencia a la fluencia" o "valor de resistencia a la fluencia" se refiere al poder de retención de un adhesivo particular. La resistencia a la fluencia es una medida de la calidad de la unión adhesiva entre los sustratos.

Los adhesivos termofusibles de la invención encuentran uso, por ejemplo, en las partes elásticas de las prendas de cuidado personal. A diferencia de las pestañas de fijación de pañal, las porciones elásticas unen las patas, la cintura y las hojas del panel lateral que requieren elasticidad y resistencia a la deformación de la forma. Además, el adhesivo de fusión en caliente de la invención también puede usarse como adhesivo de construcción y/o núcleo de la prenda de cuidado personal.

Se necesitan materiales con excelente capacidad de deformación y elasticidad para fabricar una variedad de artículos desechables y duraderos como, por ejemplo, almohadillas para incontinencia, pañales desechables, pantalones de entrenamiento, ropa, ropa interior, ropa deportiva, adornos para automóviles, burletes, juntas y tapicería de muebles. La capacidad de estiramiento y la elasticidad son atributos de rendimiento que pueden, por ejemplo, funcionar para lograr un ajuste muy adecuado al cuerpo de un usuario o al marco de un artículo. Si bien se sabe que numerosos materiales exhiben excelentes propiedades de tensión-deformación y elasticidad a temperatura ambiente, a menudo es deseable que los materiales elásticos proporcionen un ajuste conforme o seguro durante el uso repetido. extensiones y retracciones a temperaturas elevadas, como a temperaturas del cuerpo o en interiores de automóviles durante los meses de verano. Los adhesivos tienen un uso particular como adhesivo elástico para su uso en aplicaciones no tejidas, como pañales para bebés o artículos para incontinencia de adultos.

Ejemplo

Componentes

L-MODU 400 PP es un copolímero de polipropileno catalizado con metaloceno de Idemitsu con una viscosidad de fusión de aproximadamente 7,000 cps a 190°C y un módulo de 60MPa.

Vistamaxx 6202 es un copolímero de polipropileno catalizado con metaloceno de Exxon con Tasa de Flujo de Masa Fundida (MFR) de 18 g/10 min a 230°C/2.16 kg.

Versify 4300 es un copolímero de polipropileno catalizado con metaloceno de Dow Chemical con un MFR de 25 g/10 30 min a 230°C/2.16 kg.

Infuse 9807.15 es un copolímero de bloque de etileno-octeno catalizado con metaloceno disponible de DOW Chemicals con un MFR de 15 g/10 min a 190°C/2.16kg

35 XUS 38608.00 es un copolímero aleatorio de etileno-octeno catalizado por metaloceno disponible de DOW Chemical con un MFR de 1200 a 190°C/2.16kg.

Rextac RT2830 es un copolímero amorfo (propileno-buteno) producido por el catalizador Ziegler-Natta con una viscosidad Brookfield de 3,000 cps a 190°C.

Rextac RT2814 es un copolímero amorfo (propileno-buteno) producido por el catalizador Ziegler-Natta con una viscosidad Brookfield de 1,400 cps a 190°C.

Rextac 2315 es un copolímero amorfo (etileno-propileno) producido por el catalizador Ziegler-Natta con una viscosidad Brookfield de 1,500 cPs a 190°C

Escorez 5400 es una resina de hidrocarburo cicloalifático disponible de Exxon Mobil con un punto de ablandamiento de 103°C.

50 Eastotac H130R es una resina de hidrocarburo alifático disponible de Eastman Chemical con un punto de ablandamiento de 130°C.

Eastotac H-100R es una resina de hidrocarburo alifático disponible de Eastman Chemical con un punto de ablandamiento de 100°C.

Wingtack 98H es una resina de hidrocarburo alifático disponible de Cray Valley con un punto de ablandamiento de

Indopol H300 es un polibuteno líquido disponible de oligómeros INEOS con un peso molecular de 1300 Mn.

Krystol Oil es un aceite mineral blanco de grado técnico disponible de Petro Canada.

El aceite de Kaydol es un aceite blanco de grado técnico disponible de Sonneborn.

65 Irganox 1010/225 es un antioxidante fenólico impedido, disponible de Ciba Specialty Chemicals.

7

25

20

5

10

15

40

45

55

El adhesivo de control a base de Goma A es Dispomelt EL 897B, un adhesivo a base de copolímero de bloque estirénico disponible de Henkel Corporation.

El adhesivo de control B a base de Goma es Dispomelt 898B, un adhesivo a base de copolímero de bloque estirénico disponible de Henkel Corporation.

Métodos de Prueba

5

10

15

30

35

40

45

50

55

60

La viscosidad se midió a 302°F (150°C) usando un viscosímetro Brookfield estándar, aspa 27, ASTM D3236.

Para un revestimiento elástico intermitente: se mide y se marca la longitud de un filamento (por ejemplo, Spandex) adherido en la condición estirada entre dos láminas no tejidas o una lámina no tejida y una película polimérica ("longitud inicial"). Ambos extremos del spandex se cortan fuera del área de unión adhesiva (el área intermitente). La cantidad que se retrae el filamento de extremo libre resultante se mide después de un período de 4 horas a 38°C. El porcentaje de fluencia se calcula de la siguiente manera:

% de fluencia= <u>longitud inicial – longitud final x 100%</u> longitud inicial

Por ejemplo, si la distancia inicial entre las marcas es de 20 cm y la distancia final entre las marcas es de 15 cm, el porcentaje de fluencia es del 25%. Preferiblemente, se analizan cinco muestras para cada condición y se promedian los resultados para cada hebra elástica.

Para un revestimiento elástico continuo: la longitud de un filamento (por ejemplo, Spandex) adherido en la condición estirada entre dos láminas no tejidas o una lámina no tejida y se mide y marca una película polimérica ("longitud inicial"). Se toma una longitud de muestra fuera del área marcada. Los filamentos de spandex se cortan en el área marcada. La cantidad que retrae el filamento se mide después de un período de 4 horas a 38°C. El porcentaje de fluencia se calcula de la siguiente manera:

% de fluencia = <u>longitud inicial – longitud final x 100%</u> longitud inicial

Los adhesivos a base de goma generalmente dan como resultado una alta resistencia a la deformación o una resistencia a la deformación aceptable. La resistencia aceptable a la fluencia del adhesivo es de aproximadamente el 35% o menos.

Cuando se prueba el rendimiento de la fluencia ya sea en espiral o en filamentos, el sustrato no tejido utilizado tiene13.5 gms hilado, fabricado por Avgol, la película de polipropileno es una película de polietileno Pliant de 0.5 mil, suministrada por Pliant Corporation, y el spandex utilizado es 620 Decitex (LYCRA ®XA®) y el calado de la fibra fue 4.0x.

Al medir el rendimiento de fluencia para una unión hecha a través del revestimiento de hebras, el adhesivo se aplica a una temperatura en el rango de 140°C a 160°C sobre el sustrato no tejido y spandex con un patrón de revestimiento de hebras en un modo continuo o intermitente usando laminador de alta velocidad a 300 fpm y un tiempo abierto de 0.1 segundos y un aplicador omega ITW. El nivel de adición de adhesivo es de 25-35 mg/m/hebra con tres fibras elásticas.

Al medir la fluencia para una unión hecha a través del recubrimiento en espiral, el adhesivo se aplica a una temperatura en el rango de 140°C a 160°C en el sustrato no tejido y spandex con un patrón espiral sin envolver en un modo intermitente usando un laminador de alta velocidad a 300 fpm con 0.1 segundos de tiempo abierto y un aplicador en espiral Nordson 0.018". El nivel de adhesivo adicional es de 12 gms con tres fibras elásticas unidas al sustrato no tejido.

Para medir la resistencia al desprendimiento, los laminados se prepararon asperjando el adhesivo a 2.5 gms a través del cabezal de la boquilla Signature entre 140°C -160°C sobre un sustrato y luego aplicando un segundo sustrato sobre el adhesivo para formar una unión. Los sustratos típicos son materiales de tela no tejida que típicamente tienen un peso base en el rango de aproximadamente 10 a 25 gms y sustratos de película flexible en forma de lámina, tales como poliolefina, por ejemplo, no tejidos de polietileno o no tejidos de polipropileno, películas de poliuretano, espumas de poliuretano, películas o molduras de derivados de celulosa, tales como tejidos, películas o molduras de poliacrilatos o polimetacrilatos, películas o moldeo de poliésteres. El adhesivo según la invención puede usarse para unir sustratos iguales o diferentes entre sí.

La resistencia al desprendimiento se midió mediante el analizador de instron Sintech 1/D a 23°C y 50% de humedad relativa con una muestra de laminado de dos pulgadas. La muestra laminada se separa a una velocidad de 12

pulgadas/min en un ángulo de 180°. El resultado del desprendimiento se expresa en g/pulgada. El laminado de recubrimiento se probó al menos 72 horas después de que se hizo la unión.

Preparación de la Muestra

5

10

Las muestras enumeradas en la Tabla 1-3 se prepararon usando técnicas conocidas en el arte. Los componentes de cada muestra de adhesivo se enumeran en la tabla. Un procedimiento de ejemplo consistió en colocar aproximadamente la mitad del adhesivo total en una caldera de mezcla con camisa, que está equipada con rotores, y elevar la temperatura a un rango de aproximadamente 100°C a aproximadamente 170°C. Cuando el adhesivo se fundió, se inició la agitación y se añadieron el resto de los componentes hasta que se obtuvo una masa homogénea.

Se midió la viscosidad de varias muestras.

Tabla 1. Viscosidad de mezclas de olefinas catalizadas con Ziegler-Natta y metaloceno

	Muestra 1	Muestra Comparativa A	Muestra Comparativa B	Muestra Comparativa C
Polímero amorfo catalizado por Ziegler-Natta	60% en peso Rextac 2830	60% en peso Rextac 2830	60% en peso Rextac 2830	60% en peso Rextac 2830
Polímero catalizado con metaloceno	20% en peso de L- MODU 400S (la viscosidad del fundido es de 7.000mPas (cP) a 190°C)	20% en peso de Vistamaxx 6202 (El MFR es de 18 g/10 min a 230°C/2.16 kg)	20% en peso de Infuse 9807.15 (EI MFR es de 18 g/ 10 min a 190°C/2.16 kg)	20% en peso de Versify 4300 (EI MFR es de 25 g/ 10 min a 230°C/2.16 kg)
Viscosidad a 150°C (mPas (cP)	9.500	21.200	18.680	17.000

15

Solo la Muestra 1 tenía una viscosidad inferior a 11000 mPas (cP) a 150°C. Las Muestras Comparativas A-C tenían viscosidades superiores a 11000 mPas (cP) a 150°C, que es demasiado alta para aplicarse a temperaturas de aplicación estándar.

Las muestras de adhesivo se aplicaron mediante métodos de aplicación de revestimiento elástico continuo y sus resistencias a la fluencia se midieron y se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2. Resistencia a la fluencia elástica utilizando el método de aplicación de revestimiento elástico continuo

	Control a base de goma A	Muestra Comparativa A	Muestra Comparativa B
Polipropileno catalizado con metaloceno		0	0
Polímero amorfo catalizado por		70% en peso	100% en peso
Ziegler-Natta		Rextac RT 2814	Rextac RT 2830
aglomerante		29.7 en peso Eastotac H130R	
antioxidante		0.3% en peso de Irganox 1010	
Viscosidad a 150°C (mPas (cP))	10500	3500	10000
Fluencia (%), 35 mg/m/s	15	68	54
Fluencia (%), 25mg/m/s	22	68	56
Fluencia (%), espiral de 12 gsm	27	67	49

Los adhesivos a base de goma se usan típicamente como adhesivo elástico porque tienen valores de deformación aceptables. El % de fluencia aceptable para un adhesivo es inferior a aproximadamente el 35%. La Tabla 2 muestra que los adhesivos basados en polímeros amorfos tienen valores de fluencia significativamente más altos que un adhesivo elástico típico a base de goma.

Las muestras de adhesivo se aplicaron mediante métodos intermitentes de aplicación de revestimiento elástico y se midieron sus resistencias a la fluencia y se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3. Resistencia a la fluencia elástica utilizando el método de aplicación de revestimiento elástico intermitente

	Muestra 1	
Polímero catalizado con metaloceno	19.9% en peso L-MODU 400	
Polímero amorfo catalizado por Ziegler-Natta	59.9% en peso de Rextac RT 2830	
Aglomerante	19.9% en peso de Escorez 5400	
antioxidante	0.3% en peso de Irganox 1010	
Viscosidad a 150°C (mPas (cP))	9,500	
Fluencia (%), 35 mg/m/s	2	
Fluencia (%), 25mg/m/s	26	
Fluencia (%), espiral de 12gms	32	

10

15

5

La resistencia a la fluencia para la Muestra 1 fue similar al adhesivo a base de goma.

Los artículos laminados se prepararon, como se describió anteriormente, aplicando el adhesivo con un patrón de Signature con una boquilla de aspersión continua de Signature Universal en un nivel adicional de 2.5 gms. Se realizaron pruebas de adhesión al desprendimiento en las muestras laminadas y sus valores se presentan en la Tabla 4

Tabla 4. Adhesión al desprendimiento, patrón Signature

	Control B con base de Goma	Muestra Comparativa C	Muestra Comparativa D	Muestra Comparativa 2
Polipropileno catalizado con metaloceno				25% en peso L- MODU 400
Polietileno catalizado con metaloceno		13% en peso Infuse 9807.15	15% en peso XUS38608.00	
Polímero amorfo catalizado por Ziegler-Natta		7% en peso de Rextac RT 2315	55% en peso RT 2814	40% en peso de Rextac RT 2814
Aglomerante		60% en peso Wingtack 98	25% en peso de Eastotac H-130R	30% en peso de Eastotac H-100R
Aditivo - aceite		20% en peso de aceite de Kaydol	5% en peso de Indopol H-300	5% en peso de aceite Krystol
antioxidante		0.5% en peso de Irganox 1010	0.3% en peso de Irganox 1010	0.3% en peso de Irganox 1010
Viscosidad a 150°C (mPas (cP))	2700	2500	4800	3650
Resistencia Inicial al desprendimiento en gf/pulgada	220	230	110	482

20

La resistencia al desprendimiento inicial del artículo laminado con la Muestra Comparativa 2 fue mayor que el adhesivo a base de goma y la muestra comparativa C. La Muestra C también tuvo una resistencia al desprendimiento inicial

similar al adhesivo a base de goma, pero requiere grandes cantidades de adhesivos y diluyentes para lograr la viscosidad pulverizable. En la Muestra D, aunque tiene un alto contenido de polímero, la resistencia al desprendimiento es baja. Por lo tanto, una combinación específica del polipropileno catalizado con metaloceno y el polímero amorfo catalizado con Ziegler-Natta es necesaria para lograr una buena resistencia al desprendimiento y una resistencia a la fluencia aceptable.

REIVINDICACIONES

- 1. Un adhesivo que comprende:
- 5 a) al menos 70% en peso de una mezcla de polímeros que comprende
 - i) un polímero de polipropileno catalizado con metaloceno que tiene un rango de densidad de 0.70 a 0.91 g/cm³, una viscosidad de fusión inferior a 50000 mPas (cP) a 190°C y un índice de polidispersidad inferior a 3, y
- 10 ii) un polímero atáctico amorfo catalizado por Ziegler-Natta seleccionado del grupo que consiste en copolímero de polibuteno, copolímero de polipropileno y mezclas de los mismos, que tiene una viscosidad de 500 a 10000 mPas (cP) determinada de acuerdo con ASTM D3236;
 - b) más de 0 pero menos de 30% en peso de un agente de pegajosidad y/o diluyente;
 - c) al menos un antioxidante; y
 - d) opcionalmente hasta 10% en peso de una cera;
- 20 en donde el adhesivo tiene una viscosidad inferior a 11000 mPas (centipoise) a 150°C, determinada de acuerdo con ASTM D3236; y el peso total se suma al 100% en peso.
 - 2. El adhesivo de la reivindicación 1, en donde el adhesivo comprende menos del 25% en peso de un agente de pegajosidad y/o diluyente.
 - 3. El adhesivo de la reivindicación 1, en donde el polímero de polipropileno catalizado con metaloceno comprende además un comonómero de α-olefina C2-C10.
- 4. El adhesivo de la reivindicación 1, en donde el polímero de polipropileno catalizado con metaloceno es un 30 polipropileno isotáctico.
 - 5. El adhesivo de la reivindicación 1, en donde el polímero de polipropileno catalizado con metaloceno es un polipropileno atáctico.
- 35 6. El adhesivo de la reivindicación 1, en donde el polímero amorfo catalizado por Ziegler-Natta es el copolímero de polibuteno, que comprende un comonómero de α-olefina C₂-C₃, C₅-C₁₀.
 - 7. El adhesivo de la reivindicación 1 en donde el polímero amorfo catalizado por Ziegler-Natta es el copolímero de polipropileno, que comprende un comonómero de α-olefina C₂, C₄-C₁₀.
 - 8. El adhesivo de la reivindicación 1, en donde la relación de (i) el polímero de polipropileno catalizado con metaloceno a (ii) el polímero amorfo catalizado por Ziegler-Natta varía de aproximadamente 1:10 a aproximadamente 1:1.
- 9. El adhesivo de la reivindicación 1, en donde el agente de pegajosidad se selecciona del grupo que consiste en politerpenos naturales y modificados, resinas C5 cíclicas o acíclicas, resinas C9 cíclicas o acíclicas, resinas de 45 hidrocarburos de petróleo alifáticos y aromáticos, y mezclas de los mismos.
 - 10. El adhesivo de la reivindicación 9, en donde el agente de pegajosidad tiene un punto de ablandamiento superior a 80°C.
 - 11. Un artículo desechable que comprende un adhesivo, en donde el adhesivo comprende:
 - a) al menos 70% en peso de una mezcla de polímeros que comprende
- 55 i) un polímero de polipropileno catalizado con metaloceno que tiene un rango de densidad de 0.70 a 0.91 g/cm³. una viscosidad de fusión inferior a 50000 mPas (cP) a 190°C y un índice de polidispersidad de menos de 3, y
- ii) un polímero atáctico amorfo catalizado por Ziegler-Natta seleccionado del grupo que consiste en copolímero de polibuteno, copolímero de polipropileno y mezclas de los mismos, que tiene una viscosidad de 500 a 10000 mPas (cP) determinada de acuerdo con ASTM D3236; 60
 - b) más de 0 pero menos de 30% en peso de un agente de pegajosidad y/o diluyente;
 - c) al menos un antioxidante; y

d) opcionalmente hasta 10% en peso de una cera;

12

65

50

40

15

en donde el adhesivo tiene una viscosidad inferior a 11000 mPas (centipoise) a 150°C, determinada de acuerdo con ASTM D3236; y el peso total se suma al 100% en peso.

- 5 12. El artículo desechable de la reivindicación 11, que es un accesorio elástico.
 - 13. El artículo desechable de la reivindicación 12 que comprende un sustrato en donde el sustrato es una película seleccionada del grupo que consiste en goma, olefina y una mezcla de los mismos.
- 10 14. Un método para formar un artículo que comprende:
 - a) aplicar el adhesivo de la reivindicación 1 sobre un sustrato a una temperatura de 140°C a 160°C;
 - b) enfriar el adhesivo a temperatura ambiente; y

en donde el adhesivo enfriado tiene un rendimiento de fluencia de menos del 40% después de aplicar una deformación del 300% sobre el adhesivo enfriado a 38°C durante 4 horas.