



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 314 704**

51 Int. Cl.:  
**C09J 123/08** (2006.01)  
**C09J 123/20** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05779985 .0**  
96 Fecha de presentación : **20.05.2005**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1747253**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **31.01.2007**

54 Título: **Adhesivo de fusión en caliente.**

30 Prioridad: **21.05.2004 US 851584**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.03.2009**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.03.2009**

73 Titular/es: **National starch and chemical  
investment holding company  
P.O. Box 7663  
Wilmington, Delaware 19803-7663, US**

72 Inventor/es: **Morrison, Brian, D.;  
Patel, Jagruti, B. y  
Mehaffy, Justin, A.**

74 Agente: **Molinero Zofío, Félix**

ES 2 314 704 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**

Adhesivo de fusión en caliente.

**5 Campo de la invención**

La invención se refiere a adhesivos de fusión en caliente. Los adhesivos de la invención tienen largos tiempos abiertos y excelente adhesión en frío, así como buena resistencia al calor.

**10 Antecedentes de la invención**

Los adhesivos de fusión en caliente se aplican a un sustrato cuando están fundidos, luego se ponen en contacto con un segundo sustrato, punto en el que el adhesivo se enfría para endurecer la capa adhesiva y formar una unión. Los adhesivos de fusión en caliente se usan ampliamente para aplicaciones de adhesión industriales, y se usan extensamente en el ensamblaje de productos y en aplicaciones de envasado tales como operaciones de sellado de estuches y cierre de cajas de cartón.

Los adhesivos disponibles comercialmente se han aplicado hasta hace poco tiempo a temperaturas de 350°F (177°C) o superior con el fin de garantizar la fusión completa de todos los componentes y para lograr una viscosidad de aplicación satisfactoria. La necesidad de temperaturas tan elevadas aumenta los riesgos para el operario con respecto tanto a quemaduras como a la inhalación de compuestos volátiles residuales y requiere más energía, imponiendo mayores demandas a la instalación de fabricación.

Los desarrollos recientes han conducido a adhesivos de fusión en caliente que pueden aplicarse a temperaturas inferiores, es decir, inferiores a 300°F y de hasta aproximadamente 200°F. Sin embargo, un inconveniente de los adhesivos de fusión en caliente de baja temperatura de aplicación es su corto tiempo abierto, que hace su uso poco práctico para operaciones de envasado que requieren adhesivos de fusión en caliente con largos tiempos abiertos para adaptarse a aplicaciones de sellado más lentas.

Sigue habiendo una necesidad de adhesivos de fusión en caliente mejorados, incluyendo adhesivos que tienen tiempos abiertos prolongados. La presente invención satisface esta necesidad.

El documento EP1493792 y el documento EP 1679354 dan a conocer adhesivos de fusión en caliente de baja temperatura.

**35 Sumario de la invención**

La invención proporciona adhesivos de fusión en caliente, incluyendo adhesivos de fusión en caliente que pueden aplicarse a temperaturas inferiores a 350°F, en particular temperaturas de 300°F o inferiores, preferiblemente temperaturas de hasta 200°F o inferiores, y que tienen tiempos abiertos más largos que los adhesivos de fusión en caliente de baja temperatura de aplicación conocidos en la técnica hasta la fecha.

La invención proporciona un adhesivo de fusión en caliente que comprende un polímero adhesivo y una cera de N-alfa-olefina. Se prefieren los adhesivos que comprenden un copolímero de etileno y una cera de N-alfa-olefina. Etilenoacetato de vinilo, etileno-acrilato de n-butilo o mezclas de los mismos son copolímeros preferidos para su uso en la práctica de la invención.

La invención también proporciona un método de sellado y/o preparación o formación de un estuche, una caja de cartón, una bandeja, una caja o una bolsa. El método comprende el uso de un adhesivo de fusión en caliente que contiene una cera de N-alfa-olefina. En realizaciones preferidas, el adhesivo se aplica a temperaturas inferiores a 350°F, preferiblemente a temperaturas de 300°F o inferiores y de hasta 200°F o inferiores.

La invención proporciona además artículos de fabricación que comprenden un adhesivo de fusión en caliente que contiene una cera de N-alfa-olefina. Los artículos preferidos incluyen cajas de cartón, estuches, bandejas, bolsas y artículos para envasado similares usados para productos de envasado que se forman y/o sellan usando un adhesivo de fusión en caliente. El artículo para envasado puede comprender cartulina o cartón que se ha adherido mediante tales adhesivos de fusión en caliente. Si se desea, el adhesivo puede aplicarse previamente al artículo, por ejemplo, caja de cartón, estuche, bandeja o bolsa durante la fabricación del mismo, y reactivarse antes del envasado de un producto. Otros artículos incluyen, pero no se limitan a, aplicaciones de fabricación de estuches y artículos no tejidos (por ejemplo, pañales).

La invención proporciona todavía adicionalmente artículos envasados contenidos dentro de una caja de cartón, estuche, bandeja o bolsa, tal como un alimento envasado, en el que la caja de cartón, estuche, bandeja o bolsa comprende un adhesivo de fusión en caliente, una cera de N-alfa-olefina.

Otro aspecto de la invención se refiere a un procedimiento para unir un primer sustrato a un segundo sustrato similar o distinto usando los adhesivos de fusión en caliente de la invención. El procedimiento comprende aplicar a al menos un primer sustrato una composición de adhesivo de fusión en caliente fundida, poner en contacto un segundo

sustrato con el adhesivo presente sobre el primer sustrato y dejar que el adhesivo solidifique, mediante lo cual el primer sustrato se une al segundo sustrato. En una realización, se aplica el adhesivo fundido (es decir, se aplica previamente) al primer sustrato y se deja que solidifique. Entonces, se reactiva el adhesivo, o bien antes o bien después de la etapa de poner en contacto el segundo sustrato con el adhesivo presente sobre el primer sustrato. Los sustratos que van a unirse entre sí pueden ser iguales o diferentes (es decir, distintos). En una realización preferida, los sustratos que van a unirse juntos son sustratos celulósicos.

## Descripción detallada de la invención

Se han descubierto adhesivos de fusión en caliente que pueden lograr tiempos abiertos más largos junto con la aplicación a bajas temperaturas. Los adhesivos de la invención comprenden una cera de alfa-olefina normal (N).

El tiempo abierto se usa en el presente documento para referirse al “tiempo de trabajo” de un adhesivo, que comienza en el punto cuando se aplica un adhesivo a un primer sustrato hasta que se une a un segundo sustrato. Es crítico que el adhesivo presente sobre el primer sustrato se una al segundo sustrato durante este tiempo. Si se supera el tiempo abierto antes de que el primer sustrato se una al segundo sustrato, el adhesivo perderá su capacidad para unirse al segundo sustrato.

Los adhesivos de la invención pueden aplicarse ventajosamente a bajas temperaturas. Además del tiempo abierto más largo, los adhesivos de la invención muestran un excelente equilibrio de las propiedades adhesivas cuando se exponen a calor y frío. Los adhesivos de la invención tienen excelente resistencia al calor y resistencia al frío.

La baja temperatura de aplicación significa que el adhesivo puede aplicarse a temperaturas inferiores menores de 350°F, en particular temperaturas de 300°F o inferiores, preferiblemente temperaturas de hasta 200°F o inferiores.

La alta resistencia al calor significa la capacidad para mantener una buena integridad de unión a temperaturas elevadas.

La resistencia al frío es la capacidad para mantener una unión de alta resistencia cuando se expone a temperaturas frías.

Los adhesivos de la invención normalmente comprenderán un polímero adhesivo, una cera de N-alfa-olefina y una resina fijadora.

El adhesivo de la invención puede usarse en aplicaciones de ensamblaje automatizadas, tales como pero sin limitarse a formación de cajas de cartón, estuches o bandejas en la que se aplica el adhesivo desde grandes sistemas de fusión industriales a granel en los que las velocidades de ensamblaje pueden alcanzar cientos de unidades por minuto. Debido al largo tiempo abierto, son adecuados de manera ideal para aplicaciones que requieren tiempos más largos entre la aplicación del adhesivo al sustrato y el posterior cierre o sellado de las mismas.

## Composición adhesiva

Los adhesivos abarcados por la invención comprenden un polímero adhesivo y una cera de N-alfa-olefina. Lo siguiente es una descripción de componentes de adhesivos que pueden formularse según la invención y ejemplos de formulaciones de la invención. Sin embargo, se reconoce que el experto puede formular estos y otros componentes en diversas cantidades y someter a prueba tales formulaciones para determinar las propiedades de rendimiento descritas y enseñadas en el presente documento con el fin de preparar otras formulaciones abarcadas por la invención.

### i. Componente de polímero

Cualquier polímero de base adecuado para su uso en la formulación de adhesivos de fusión en caliente, tal como conocen bien los expertos en la técnica, puede usarse en la práctica de la invención. Los adhesivos de la invención comprenderán preferiblemente al menos un polímero de etileno, y pueden comprender una combinación de dos o más polímeros. La expresión polímero de etileno, tal como se usa en el presente documento, se refiere a homopolímeros, copolímeros y terpolímeros de etileno. Se prefieren copolímeros de etileno con uno o más monómeros polares, tales como acetato de vinilo u otros ésteres vinílicos de ácidos monocarboxílicos, o ácido acrílico o metacrílico o sus ésteres con metanol, etanol u otros alcoholes. Se incluyen etileno-acetato de vinilo, etileno-acrilato de metilo, etileno-acrilato de n-butilo, etileno-ácido acrílico, etileno-metacrilato, etileno-acrilato de 2-etilhexilo, etileno-octeno y mezclas y combinaciones de los mismos. Se prefieren particularmente mezclas de etileno-acrilato de n-butilo y etileno-acetato de vinilo.

Otros polímeros que encuentran utilidad en esta invención incluyen homopolímeros o copolímeros de monómeros de propileno, octeno, hexeno, hepteno, buteno y etileno.

Los adhesivos particularmente preferidos comprenden un copolímero de etileno-acrilato de n-butilo que contiene hasta aproximadamente el 45% en peso, normalmente del 15 al 35% de acrilato de n-butilo y tiene un índice de fusión

## ES 2 314 704 T3

de al menos aproximadamente 300. Están disponibles copolímeros de etileno-acrilato de n-butilo de Elf Atochem North America, Filadelfia, PA con el nombre comercial Lotryl<sup>®</sup>, de Exxon Chemical Co. con el nombre comercial Enable<sup>®</sup> (por ejemplo, EN33330 que tiene un índice de fusión de aproximadamente 330 gramos/10 minutos y un contenido en acrilato de n-butilo de aproximadamente el 33% en peso en el copolímero y EN33900 que tiene un índice de fusión de aproximadamente 900 y un contenido en acrilato de n-butilo de aproximadamente el 35% en peso) y de Millennium Petrochemicals con el nombre comercial Enathene<sup>®</sup> (por ejemplo, EA 89822 que tiene un índice de fusión de aproximadamente 400 gramos/10 minutos y un contenido en acrilato de n-butilo de aproximadamente el 35% en peso en el copolímero).

Los polímeros de etileno-acetato de vinilo que pueden usarse en la práctica de la invención tendrán generalmente un MI de al menos aproximadamente 300 gramos/10 minutos y tienen un contenido en acetato de vinilo de desde el 10 hasta el 45% en peso, así como combinaciones de los mismos. Están disponibles copolímeros de etileno-acetato de vinilo de DuPont Chemical Co., Wilmington, DE con el nombre comercial Elvax<sup>®</sup> (por ejemplo, Elvax<sup>®</sup> 205 W, que tiene un índice de fusión de 800 y un contenido en acetato de vinilo de aproximadamente el 28% en peso en el copolímero). Están disponibles otros copolímeros de etileno-acetato de vinilo de Exxon Chemical Co. con el nombre comercial Escorene<sup>®</sup> (por ejemplo, UL 7505) y también de Millennium Petrochemicals, Rolling Meadows, IL, con el nombre comercial Ultrathene<sup>®</sup> (por ejemplo, UE 64904) y copolímeros AT<sup>®</sup> disponibles de AT Polymers & Film Co., Charlotte, NC (por ejemplo, AT<sup>®</sup> 1850M) y Evatane<sup>®</sup> de Atofina Chemicals, Filadelfia, PA.

El componente de polímero estará presente habitualmente en una cantidad de desde el 10% en peso hasta el 60% en peso, más preferiblemente desde el 20% en peso hasta el 40% en peso, incluso más preferiblemente desde el 25% en peso hasta el 35% en peso.

### ii. Componente de pegajosidad

Las composiciones adhesivas de esta invención son preferiblemente pegajosas. El componente de agente de pegajosidad estará presente normalmente en una cantidad de desde el 10% en peso hasta el 60% en peso, más preferiblemente desde el 25% en peso hasta el 45% en peso, incluso más preferiblemente desde el 30% en peso hasta el 40% en peso. Las resinas fijadoras tendrán normalmente puntos de reblandecimiento de Ring y Ball, tal como se determina mediante el método ASTM E28-58T, de entre 70°C y 150°C, más preferiblemente entre 90°C y 120°C, y lo más preferiblemente entre 95°C y 110°C. Pueden requerirse mezclas de dos o más de las resinas fijadoras descritas a continuación para algunas formulaciones.

Las resinas fijadoras útiles pueden incluir cualquier resina compatible o mezclas de las mismas tales como colofonias naturales y modificadas incluyendo, por ejemplo, colofonia de goma, colofonia de madera, colofonia de aceite de resina, colofonia destilada, colofonia hidrogenada, colofonia dimerizada, resinatos y colofonia polimerizada; ésteres de glicerol y pentaeritritol de colofonias naturales y modificadas, incluyendo, por ejemplo, como éster de glicerol de colofonia de madera, pálida, el éster de glicerol de colofonia hidrogenada, el éster de glicerol de colofonia polimerizada, el éster de pentaeritritol de colofonia hidrogenada y el éster de pentaeritritol modificado con fenol de colofonia; copolímeros y terpolímeros de terpenos naturalizados, incluyendo, por ejemplo, estireno/terpeno y alfa metilestireno/terpeno; resinas de politerpeno que tienen un punto de reblandecimiento, tal como se determina mediante el método ASTM E28-58T, de desde 70°C hasta 150°C; resinas de terpeno modificadas con fenol y derivados hidrogenados de las mismas incluyendo, por ejemplo, el producto de resina que resulta de la condensación, en un medio ácido, de un terpeno bicíclico y un fenol; resinas de hidrocarburos de petróleo alifáticas que tienen un punto de reblandecimiento de Ball y Ring de desde 70°C hasta 135°C; resinas de hidrocarburos de petróleo aromáticas y los derivados hidrogenados de las mismas; y resinas de hidrocarburos de petróleo alicíclicas y los derivados hidrogenados de las mismas. También se incluyen las resinas C<sub>5</sub> cíclicas o acíclicas y resinas acíclicas o cíclicas modificadas aromáticas. Ejemplos de colofonias y derivados de colofonia disponibles comercialmente que podrían usarse para poner en práctica la invención incluyen SYLVALITE RE 110L, SYLVARES RE 115 y SYLVARES RE 104 disponibles de Arizona Chemical; Dertocal 140 de DRT; Limed Rosin n° 1, GB-120 y Pencil C de Arakawa Chemical.

Los agentes de pegajosidad preferidos son resinas de hidrocarburos sintéticas. Los ejemplos no limitativos incluyen resinas derivadas de olefinas alifáticas tales como las disponibles de Goodyear con el nombre comercial Wingtack<sup>®</sup> y la serie Escorez<sup>®</sup> 1300 de Exxon. Una resina fijadora C<sub>5</sub> común en esta clase es un copolímero de dieno-olefina de piperileno y 2-metil-2-butenos que tiene un punto de reblandecimiento de aproximadamente 95°C. Esta resina está disponible comercialmente con el nombre comercial Wingtack 95. Las más preferibles son resinas de hidrocarburos aromáticas que se derivan de olefinas alifáticas/aromáticas C<sub>9</sub> y están disponibles de Startomer y Cray Valley con el nombre comercial Norsolene y de la serie Rutgers de resinas de hidrocarburos aromáticas TK. Norsolene M1090 es un polímero de hidrocarburo termoplástico de bajo peso molecular derivado en gran parte de alfa-pineno, que tiene un punto de reblandecimiento de Ring y Ball de 95-105°C y está disponible comercialmente de Cray Valley. Estas resinas de hidrocarburos a base de C<sub>9</sub> son particularmente útiles cuando se sintetizan con un alfa-pineno, estireno, terpeno, alfa-metilestireno y/o viniltolueno, y polímeros, copolímeros y terpolímeros de los mismos, terpenos, terpenos fenólicos, terpenos modificados, y combinaciones de los mismos. La estructura aromática aumentada de estas resinas produce más carácter polar en las resinas que contribuye al rendimiento y la compatibilidad deseados de los adhesivos de esta invención.

### iii. *Componente de cera*

El componente de cera estará presente normalmente en las formulaciones de la invención en cantidades de desde el 5 hasta el 60% en peso, más preferible desde el 10 hasta el 45% en peso e incluso más preferible desde el 25 hasta el 40% en peso, basándose en el peso de la formulación total. Al menos el 1% en peso y hasta el 30% en peso, más normalmente desde el 3 hasta el 10% en peso, de la formulación total son ceras de N-alfa-olefina. Se prefieren ceras que tienen un punto de fusión, tal como se determina mediante la prueba de punto de goteo de Mettler ASTM D-127, inferior a aproximadamente 175°F. Las N-alfa-olefinas del componente de cera tendrán preferiblemente un punto de fusión de desde 120°F hasta 175°F.

Las ceras de N-alfa-olefina están disponibles comercialmente de Chevron Phillips Chemical Company. Están disponibles calidades disponibles comercialmente de ceras de N-alfa-olefina, tales como C<sub>20-24</sub>, C<sub>26-28</sub>, C<sub>30+</sub>, y pueden usarse en los adhesivos de fusión en caliente de la invención.

### iv. *Otros componentes opcionales y/o deseables*

Los adhesivos de la invención también pueden comprender opcional y preferiblemente otros componentes incluyendo pero sin limitarse a aditivos funcionales. Los aditivos funcionales se definen en el presente documento como componentes que añaden una propiedad física o química específica que tiene un impacto sobre las características de fabricación o uso, no relacionadas con el carácter de adhesión, que son más fáciles de incorporar o conservar en adhesivos de baja temperatura. Tales aditivos funcionales pueden ejercer un efecto sobre el entorno. Los ejemplos de tales componentes funcionales incluyen biocidas, materiales termocrómicos (por ejemplo, como prueba de manipulación indebida o sensor de temperatura), etiquetas antifalsificación, fragancias, potenciadores del frescor (por ejemplo, eliminadores de O<sub>2</sub>, antibacterianos, repelentes de plagas, detección de degradación, encapsulantes a baja temperatura (por ejemplo, microesferas termoplásticas que podrían no ser estables a temperaturas superiores a 250°F).

Otros compuestos que podrían añadirse que tampoco afectan a las propiedades físicas son pigmentos que añaden color o agentes que fluorescen, por mencionar sólo un par. Los expertos en la técnica conocen aditivos como éstos. Dependiendo de los usos finales contemplados de los adhesivos, podrían incluirse otros aditivos tales como plastificantes, pigmentos y colorantes añadidos convencionalmente a adhesivos de fusión en caliente. Además, también pueden incorporarse cantidades pequeñas de ceras y/o agentes de pegajosidad adicionales tales como ceras microcristalinas, ceras de parafina, ceras de polietileno, ceras de polipropileno, subproducto de ceras de polietileno, ceras de Fischer-Tropsch, ceras sintéticas modificadas de acetato de vinilo y aceite de ricino hidrogenado en cantidades minoritarias, es decir, de hasta aproximadamente el 10 por ciento en peso, en las formulaciones de la presente invención.

Los adhesivos de la presente invención contendrán preferiblemente un estabilizador o antioxidante. Estos compuestos se añaden para proteger al adhesivo de la degradación provocada por la reacción con oxígeno inducida por factores tales como calor, luz o catalizador residual a partir de los materiales de partida tales como la resina fijadora.

Entre los estabilizadores o antioxidantes aplicables incluidos en el presente documento están fenoles multifuncionales y fenoles impedidos de alto peso molecular tales como fenol que contiene fósforo y azufre. Los expertos en la técnica conocen bien los fenoles impedidos y pueden caracterizarse como compuestos fenólicos que también contienen radicales estéricamente voluminosos en proximidad estrecha con el grupo hidroxilo fenólico de los mismos. En particular, se sustituyen generalmente grupos butilo terciarios 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 tensión, y por consiguiente, su reactividad; este impedimento proporciona así 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; tetrakis-3(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato de pentaeritritilo; 3(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato de n-octadecilo; 4,4'-metilenbis(2,6-terc-butil-fenol); 4,4'-tiobis(6-terc-butil-o-cresol); 2,6-di-terc-butilfenol; 6-(4-hidroxifenoxi)-2,4-bis(n-octil-tio)-1,3,5-triazina; 3,5-di-terc-butil-4-hidroxibenzoato de di-n-octiltio)etilo; y hexa[3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxi-fenil)-propionato] de sorbitol.

La utilización, junto con los mismos, de sinergistas conocidos tales como, por ejemplo, ésteres de tiodipropionato y fosfitos, puede potenciar adicionalmente el rendimiento de estos antioxidantes. El tiodipropionato de diestearilo es particularmente útil. Estos estabilizadores, si se usan, están presentes generalmente en cantidades del 0,1 al 1,5 por ciento en peso, preferiblemente del 0,25 al 1,0 por ciento en peso.

Tales antioxidantes están disponibles comercialmente de Ciba-Geigy, Hawthorne, NY e incluyen Irganox® 565, 1010 y 1076 que son fenoles impedidos. Estos son antioxidantes primarios que actúan como eliminadores de radicales y pueden usarse solos o en combinación con otros antioxidantes tales como antioxidantes de fosfito como Irgafos® 168 disponible de Ciba-Geigy. Los catalizadores de fosfito se consideran catalizadores secundarios y generalmente no se usan solos. Estos se usan principalmente como descomponedores de peróxido. Otros catalizadores disponibles son Cyanox® LTDP disponible de Cytec Industries en Stamford, CN y Ethanox® 1330 disponible de Albemarle Corp. en Baton Rouge, LA. Muchos de tales antioxidantes están disponibles o bien para usarse solos o bien en combinación con otros de tales antioxidantes. Estos compuestos se añaden a los adhesivos de fusión en caliente en pequeñas cantidades y no tienen efecto sobre otras propiedades físicas.

#### V. Componentes para la reactivación de adhesivo aplicado previamente

Los adhesivos de la invención pueden aplicarse previamente a un sustrato y reactivarse más tarde. Dado que la reactivación puede conseguirse a temperaturas inferiores para los adhesivos de esta invención, se requiere menos energía en el proceso de reactivación independientemente del método de reactivación utilizado. La capacidad para reactivar usando menos energía permite que estos adhesivos se utilicen a velocidades de producción más rápidas o requieran menos espacio para la reactivación en una línea de producción.

En una realización de la invención, el adhesivo se aplica previamente a un sustrato, se deja solidificar y entonces, más tarde, se reactiva usando, por ejemplo, aplicaciones de termosellado convencionales. En una realización preferida, el adhesivo de la invención se formula para fines de aplicación previa/reactivación. Los adhesivos reactivables preferidos para su aplicación previa a un sustrato comprenden un componente de absorción de energía. Los pigmentos y colorantes son componentes de absorción de energía particularmente preferidos, prefiriéndose particularmente los pigmentos y colorantes que absorben en el infrarrojo cercano.

Los componentes de absorción de energía para su uso en la práctica de la invención tendrán normalmente una absorción en el intervalo de desde 400 nm hasta 100.000 nm, más preferiblemente desde 700 nm hasta 10.000 nm, incluso más preferiblemente desde 750 nm hasta 5000 nm. Los componentes de absorción de energía incluyen aquellos colorantes, pigmentos, cargas, polímeros y resinas u otros componentes que puedan absorber energía y que proporcionen un equilibrio óptimo de absorción, reflexión, transmisión y conducción. Los pigmentos y colorantes son componentes de absorción de energía particularmente preferidos, prefiriéndose particularmente los pigmentos y colorantes que absorben en el infrarrojo cercano.

Componentes de absorción de energía preferidos para su uso en la práctica de la invención son absorbentes de IR cercano de banda amplia tales como Epolight 1125 (Epolene, Inc), SDA6248 (H.W. Sands Corp.), SDA2072 (H.W. Sands Corp.) y negro de carbón. El negro de carbón puede adquirirse de Cabot con el nombre comercial de Monarch, Regal, Black Pearl y Elftex, o Degussa (serie FW), o de Columbian Chemical Company (serie Raven). El negro de carbón puede fabricarse mediante diferentes métodos tales como el método del negro de horno, el método del negro (de canal) de gas y el método del negro de lámpara. Los parámetros clave que afectan a la absorción de energía radiante del negro de carbón preparado mediante estos diversos métodos son el tamaño de partícula primaria promedio, la química superficial y la estructura de agregado. Los adhesivos de la invención se reactivan con la exposición a duraciones cortas de energía radiante que proporcionan un rendimiento en línea superior y un ajuste de la velocidad que permite velocidades de producción más rápidas.

Las formas de reactivación de adhesivos de la invención incluyen, pero no se limitan a, calor, aire caliente, vapor, ultrasonidos, haz de electrones, radiofrecuencia y microondas.

#### vi. Tratamiento con fragancia

Debido a la baja temperatura de aplicación, es posible el perfumado eficaz de los adhesivos de fusión en caliente de la invención. Se añade el material con fragancia a los adhesivos de fusión en caliente de la invención y puede permanecer estable en los adhesivos antes de y tras el uso sin pérdida significativa de fragancia. La expresión perfumado eficaz significa que la fragancia permanece estable durante la producción del adhesivo, durante el almacenamiento del adhesivo antes del uso y está todavía disponible para su suministro tras haberse usado el adhesivo. Por suministro se quiere decir que el aroma se desprende del adhesivo al entorno próximo al adhesivo. Por estable se quiere decir que la fragancia permanece perceptible tras la fabricación del adhesivo, tras el almacenamiento del adhesivo, tras la fabricación de un artículo formado usando el adhesivo, durante el almacenamiento del artículo fabricado y durante el uso del artículo fabricado por el usuario final. Las expresiones con fragancia y con aroma se usan en su sentido ordinario para referirse a e incluir cualquier sustancia fragante o mezcla de sustancias incluyendo una sustancia natural (es decir, obtenida mediante extracción de flores, hierbas, capullos o plantas), artificial (es decir, mezcla de aceites naturales o constituyentes de aceites) y producida de manera sintética y compuestos odoríferos.

En la mayoría de los casos, las composiciones de fragancia se formulan para que tengan una fragancia considerada generalmente al menos inofensiva y preferiblemente agradable para los usuarios previstos de la composición o el usuario del artículo preparado con el adhesivo. Las composiciones de fragancia también pueden usarse para conferir un olor deseado a la piel y/o cualquier producto para el que un olor agradable es indispensable o deseable. También se usan composiciones de fragancia en productos que normalmente tendrían un olor poco atractivo o desagradable para enmascarar el olor y producir un olor que es menos poco atractivo o desagradable. Las características de fragancia (agradable) pueden ser la función principal del producto en el que se ha incorporado la composición de fragancia o pueden ser secundarias a la función principal del producto.

Las fragancias que pueden añadirse al adhesivo de fusión en caliente de la invención se seleccionan preferiblemente para que tengan un punto de inflamación en cubeta cerrada superior a 100°F, preferiblemente superior a aproximadamente 200°F. Los materiales fragantes, incluyendo modificaciones y composiciones de los mismos, por ejemplo, una composición de aceite esencial modificada, pueden someterse a prueba para determinar el punto de inflamación en cubeta cerrada determinado según el método ASTM D93-00 (punto de inflamación mediante el aparato de prueba de cubeta cerrada Pensky-Martens).

*Uso y utilidad*

Las composiciones adhesivas de la presente invención se preparan combinando los componentes en la masa fundida a una temperatura superior a aproximadamente 90°C, normalmente a aproximadamente 110°C, hasta que se obtiene una combinación homogénea, habitualmente son suficientes aproximadamente dos horas. Se conocen en la técnica diversos métodos de combinación y es satisfactorio cualquier método que produce una combinación homogénea.

Los adhesivos de fusión en caliente de la invención encuentran su uso en, por ejemplo, los mercados de envasado, transformación, encuadernación, acabados de bolsas/sacos, fabricación de cigarrillos y artículos no tejidos. Los adhesivos encuentran un uso particular como adhesivos de sellado y de conformación de estuches, cajas de cartón y bandejas, incluyendo aplicaciones de termosellado. La invención abarca recipientes, por ejemplo, cajas de cartón, estuches, cajas, bolsas, bandejas.

Los adhesivos de fusión en caliente para envasado generalmente se extruyen en forma de perla sobre un sustrato usando un equipo de extrusión de bomba de pistón o bomba de engranaje. El equipo para la aplicación del adhesivo de fusión en caliente está disponible de varios proveedores incluyendo Nordson, ITW y Slautterback. También se usan comúnmente aplicadores de ruedas para aplicar los adhesivos de fusión en caliente, pero se usan menos frecuentemente que el equipo de extrusión. Alternativamente, el adhesivo puede aplicarse por el transformador de envasado antes de su envío al envasador, es decir, el recipiente comprende un adhesivo aplicado previamente. Tras el envasado del recipiente, el recipiente puede termosellarse por medios convencionales o someterse a cualquier fuente alternativa de energía que caliente el adhesivo hasta temperaturas de unión apropiadas. Los adhesivos de baja temperatura de esta invención son particularmente adecuados para estas aplicaciones debido a que requieren menos energía para reactivarse o recalentarse hasta las temperaturas apropiadas para la formación de la unión. En realizaciones preferidas, el adhesivo que va a aplicarse previamente comprende un componente de absorción de energía.

Los sustratos que van a unirse incluyen papel kraft virgen y reciclado, papel kraft de alta y baja densidad, cartón gris y diversos tipos de cartón gris y papel kraft tratados y recubiertos. También se utilizan materiales compuestos para aplicaciones de envasado tales como el envasado de bebidas alcohólicas. Estos materiales compuestos pueden incluir cartón gris laminado a una lámina de aluminio que está además laminada a materiales de película tales como polietileno, Mylar, polipropileno, poli(cloruro de vinilideno), etileno-acetato de vinilo y otros tipos diversos de películas. Adicionalmente, estos materiales de película también pueden unirse directamente al cartón gris o al papel kraft. Los sustratos mencionados anteriormente no representan en modo alguno una lista exhaustiva, ya que una variedad enorme de sustratos, especialmente los materiales compuestos, encuentran utilidad en la industria del envasado.

**Ejemplos**

En los siguientes ejemplos, que se proporcionan para fines ilustrativos sólo, todas las partes son en peso y todas las temperaturas en grados Fahrenheit a menos que se indique lo contrario. Se prepararon muestras de adhesivo en una mezcladora de paleta única y se calentaron hasta que los componentes proporcionaron una mezcla homogénea.

*Adhesión*

Se determinó la adhesión a diversas temperaturas, tal como se indica en la tabla 2, aplicando una perla de adhesivo de un octavo a un cuarto de pulgada de ancho en el sentido de la anchura a 200°F (93°C) a un trozo de sustrato de 2 pulgadas por 3 pulgadas y poniendo en contacto inmediatamente un segundo trozo de cartulina. Se colocó inmediatamente un peso de 200 gramos sobre la construcción. La materia prima de cartulina era cartulina corrugada con una resistencia a la rotura por presión de 275 libras. Las muestras unidas se mantuvieron a temperatura ambiente (73°F), 40°F, 20°F o 0°F durante 24 horas. Se separaron las uniones a mano y se hizo una determinación del grado de desgarro de las fibras.

*Tensión térmica*

Se determinó la resistencia al calor de una unión tal como se describe a continuación y con referencia a las figuras 1A y 1B. En resumen, se determina la temperatura de fallo para una unión sometida a tensión uniendo dos sustratos corrugados entre sí, sometiendo a tensión la unión con un peso de trescientos gramos, colocándola luego en un horno durante 24 horas, tras lo que se examina la unión para observar si todavía está intacta.

Los sustratos corrugados usados son de acanalado doble. En referencia a la figura 1A, se aplica una perla de adhesivo al sustrato de modo que el acanalado va en una dirección perpendicular a la dirección de la perla de adhesivo. La perla de adhesivo se coloca a una pulgada del borde frontal del sustrato inferior y cinco pulgadas del borde frontal del sustrato superior. La anchura de la perla en el sustrato es de ocho centésimas de una pulgada de ancho antes de la compresión de la perla de adhesivo entre el sustrato superior e inferior con un peso de doscientos gramos.

## ES 2 314 704 T3

Tal como se muestra en la figura 1B, se fija un peso de trescientos gramos en el borde frontal del sustrato superior. Entonces se usa una abrazadera para crear un punto de fulcro directamente bajo la perla de adhesivo. Entonces se coloca la unión con abrazadera con peso en un horno ajustado a 100°F por debajo de la temperatura de aplicación del adhesivo. La unión se deja en el horno durante veinticuatro horas y entonces se examina para determinar si la unión está todavía intacta. Una unión que permanece intacta se registra como un resultado que pasa para la temperatura de la prueba. Para las uniones que pasan esta prueba, se preparan nuevas uniones de adhesivo y se someten a temperaturas superiores. Se repite este procedimiento a temperaturas todavía superiores hasta que se observa fallo de la unión. La temperatura más alta que pasa una unión se registra como la resistencia al calor de ese adhesivo.

### *Tiempo abierto*

Se midió el tiempo abierto usando un instrumento de pruebas/preparación de uniones automatizado.

Se programaron el tiempo abierto y el tiempo de compresión en los temporizadores automáticos del instrumento.

Se cargaron trozos de sustrato superior e inferior en el aparato de prueba de la unión. Se controló la temperatura de aplicación de la perla de adhesivo, la anchura de la perla y el peso del recubrimiento mediante un tanque de pegamento calentado, la presión de la bomba y la velocidad de la tubería transportadora.

Cuando se activa, el instrumento transportador mueve el trozo de sustrato inferior bajo una corriente de adhesivo. Una vez que se aplica la perla de pegamento al sustrato inferior, se inicia el temporizador del tiempo abierto. Entonces, se desplaza bajo un segundo trozo de sustrato (superior). Aquí, espera hasta que se alcanza el tiempo abierto programado (habitualmente en segundos).

Una vez que se alcanza el tiempo abierto, el trozo de sustrato superior desciende sobre el trozo de sustrato inferior hasta que entran en contacto. Aquí, se comprime la perla de adhesivo durante una cantidad de tiempo programada (tiempo de compresión, habitualmente en segundos).

Una vez que ha transcurrido el tiempo de compresión, se separa el trozo de sustrato superior del trozo de sustrato inferior rompiendo la unión. Entonces el operario registra la cantidad de desgarro de las fibras generado por la separación de la unión. El desgarro de las fibras es la cantidad de fibras del sustrato que permanecen en la superficie de la perla comprimida tras la separación. Se registra como el tanto por ciento de la superficie de la perla comprimida global.

Si la cantidad de desgarro de las fibras es igual a o superior al 75%, entonces se considera que el desgarro de las fibras es total.

Si la cantidad de desgarro de las fibras es del 50 al 74%, entonces se considera que el desgarro de las fibras es parcial/total.

Si la cantidad de desgarro de las fibras es del 25 al 49%, entonces se considera que el desgarro de las fibras es parcial.

Si el desgarro de las fibras es inferior al 25%, entonces se considera que el desgarro de las fibras es leve.

Estas etapas se repiten usando tiempos abiertos cada vez más largos hasta que el desgarro de las fibras producido es inferior al 75%.

En los siguientes ejemplos, se determinó el tiempo abierto del adhesivo como el tiempo (habitualmente en segundos) en el que desaparece el desgarro total de las fibras (75-100%) y como el tiempo en el que no hay desgarro de las fibras.



## ES 2 314 704 T3

### Ejemplo 1

Se comparó un adhesivo de la invención con la tecnología de fusión en caliente de la técnica anterior. Se prepararon adhesivos que tienen las formulaciones mostradas en la tabla I y se sometieron a prueba para determinar el tiempo abierto y el desgarro de las fibras. Se aplicó adhesivo al sustrato a 250°F y se comprimió durante 25 segundos antes de que se separasen los sustratos.

TABLA 1\*

Materiales de partida	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
Cera de parafina (120°F)	30		30	
Cera de N-alfa-olefina (120°F)		30		30
EnBA			35	35
EVA	35	35		
Agente de pegajosidad de terpeno fenólico	35	35		
Agente de pegajosidad de éster de colofonia			35	35
Tiempo abierto (s)				
Tiempo hasta un desgarro de las fibras inferior al 100%	8,5	11	8,5	8,5
Tiempo hasta que no hay desgarro de las fibras	15	17	11.5	14
*Los ejemplos dados a conocer en la tabla 1 no son según la invención				

Los resultados muestran que los adhesivos que comprenden cera de N-alfa-olefina tienen tiempos abiertos más largos que la cera de parafina a 120°F tanto en sistemas de adhesivo a base de EVA como a base de EnBA.

## ES 2 314 704 T3

### Ejemplo 2

Se prepararon muestras de adhesivo que tienen las formulaciones mostradas en la tabla 2. Se aplicó adhesivo al sustrato a 200°F y se comprimió durante 10 segundos antes de que se separasen los sustratos.

TABLA 2

Materiales de partida (% en peso)	Muestra	Muestra
	A	B
Cera de parafina (150°F)	25	25
Cera de N-alfa-olefina (120°F)	0	10
Cera de parafina (120°F)	10	0
EnBA	20	20
EVA	10	10
Agente de pegajosidad de hidrocarburos	25	25
Agente de pegajosidad de éster de colofonia	10	10
Viscosidad a 200°F	1212 cps	1212 cps
Adhesión (% de desgarro de las fibras)		
Temperatura ambiente	100, 90	95/100
40°F	90, 100	100, 100
20°F	90, 95	90, 95
0°F	95, 60	90, 100
Tensión térmica		
Fallo	100°F	
Separación		100°F
Tiempo abierto (s)		
Tiempo hasta un desgarro de las fibras inferior al 100%	4	5
Tiempo hasta que no hay desgarro de las fibras	6,0-6,5	8,0-8,5

Los resultados muestran que las N-alfa-olefinas cuando se usan en una combinación de ceras prolongan el tiempo abierto.

REIVINDICACIONES

1. Adhesivo de fusión en caliente que tiene un tiempo abierto mejorado que comprende un copolímero de etileno-acetato de vinilo y/o un copolímero de etileno-acrilato de n-butilo, un componente de cera y un agente de pegajosidad, **caracterizado** porque el componente de cera está presente en cantidades de desde el 5% en peso hasta el 60% en peso, basado en la formulación de adhesivo total, y desde el 1% en peso hasta el 30% en peso de la formulación total son ceras de N-alfa-olefina que tienen un punto de fusión de desde 120°F (48°C) hasta 175°F (79°C).

2. Adhesivo según 1, que comprende al menos otro componente de cera.

3. Adhesivo según la reivindicación 1, que comprende desde el 3% en peso hasta el 10% en peso de dicha cera de N-alfa-olefina.

4. Adhesivo según la reivindicación 1, que comprende un componente que absorbe energía en el infrarrojo cercano.

5. Adhesivo según la reivindicación 4, en el que el componente que absorbe energía en el infrarrojo cercano es un colorante o un pigmento.

6. Adhesivo según la reivindicación 1, que comprende una fragancia.

7. Adhesivo según la reivindicación 1, en el que la cera de N-alfa-olefina tiene un punto de fusión de aproximadamente 120°F.

8. Adhesivo según la reivindicación 1, en el que la cera de N-alfa-olefina es una cera de N-alfa-olefina  $C_{20-24}$ ,  $C_{26-28}$  o  $C_{30+}$ .

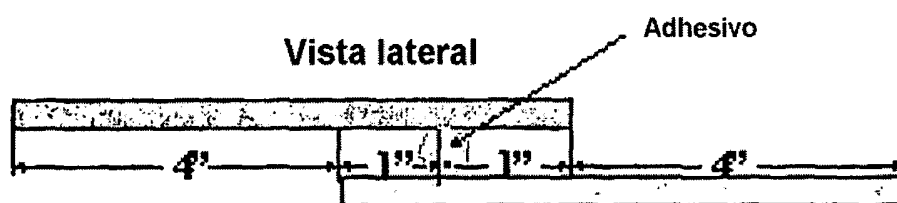
9. Adhesivo según la reivindicación 1, que se aplica a una temperatura inferior a 350°F.

10. Adhesivo según la reivindicación 9, que se aplica a una temperatura inferior a 300°F.

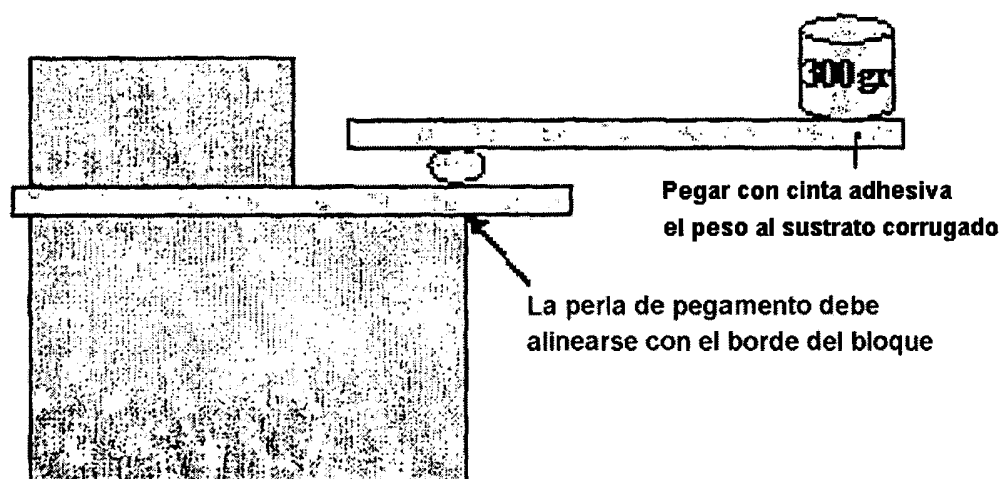
11. Adhesivo según la reivindicación 9, que se aplica a una temperatura de hasta 200°F.

12. Adhesivo según la reivindicación 1, que comprende tanto un copolímero de etileno-acetato de vinilo como un copolímero de etileno-acrilato de n-butilo.

13. Método de aumento del tiempo abierto de un adhesivo de fusión en caliente mediante la adición a la formulación del 1-30% en peso de ceras de N-alfa-olefina.



**FIGURA 1A**



**FIGURA 1B**