

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 942 331**

21 Número de solicitud: 202231116

51 Int. Cl.:

**C09J 167/00** (2006.01)

**C09J 167/04** (2006.01)

**C08L 101/16** (2006.01)

**C08L 67/04** (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

**29.12.2022**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**31.05.2023**

71 Solicitantes:

**ASOCIACION INVESTIGACION DE INDUSTRIA  
TEXTIL (AITEK) (100.0%)  
Plaza Emilio Sala, 1  
03801 Alcoy (Alicante) ES**

72 Inventor/es:

**DE LUCAS FREILE, Alfonso;  
FAGES SANTANA, Eduardo y  
CAMBRA SANCHEZ, Vicente**

74 Agente/Representante:

**TOLEDO ALARCÓN, Eva**

54 Título: **PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACIÓN DE UN ADHESIVO TERMOFUSIBLE Y  
ADHESIVO TERMOFUSIBLE OBTENIDO POR DICHO PROCEDIMIENTO**

57 Resumen:

La presente invención preconiza un procedimiento para la preparación de un adhesivo termofusible con un porcentaje de entre 83-92% de contenido sostenible de la masa total. El procedimiento de la presente invención detalla la adición de una resina polimérica natural, seguida de la adición de una resina tacktificante y, por último, la adición de una cera. Ventajosamente, el orden seguido permite obtener un adhesivo termofusible sostenible.

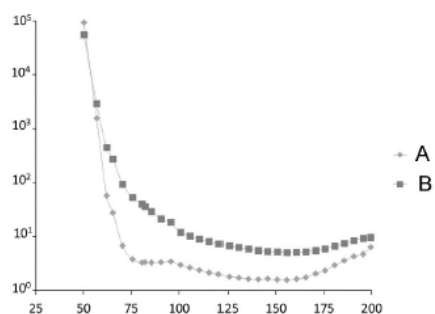


FIG. 1

## DESCRIPCIÓN

### **PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE UN ADHESIVO TERMOFUSIBLE Y ADHESIVO TERMOFUSIBLE OBTENIDO POR DICHO PROCEDIMIENTO**

5

#### **OBJETO DE LA INVENCION**

10

La presente invención se refiere a un procedimiento y el producto obtenido relativo a un adhesivo termofusible o adhesivo hot melt sostenible.

15

Para llevar a cabo el procedimiento de la invención se realiza una mezcla de una resina polimérica natural, una mezcla de resinas tacktificantes y una mezcla de ceras en un orden concreto a unas condiciones particulares que posibilitan la obtención de un adhesivo termofusible con un porcentaje de entre 83-92% de contenido sostenible de la masa total.

#### **ANTECEDENTES DE LA INVENCION**

20

Actualmente son conocidos en el estado del arte procedimientos de fabricación de adhesivos hot melt (expresión en inglés comúnmente utilizada para referirse a los adhesivos termofusibles) donde el orden seguido de introducción de los componentes en el reactor de mezcla es el siguiente: en primer lugar, la adición de antioxidantes, seguidamente la adición de ceras, en tercer lugar la adición de resinas tacktificantes y finalmente la adición de resinas poliméricas. En el contexto de la presente invención, tacktificante se refiere a 'agentes de pegajosidad', es decir, compuestos poliméricos que mejoran la humectabilidad, incrementan la polaridad y modifican las propiedades viscoelásticas de los adhesivos.

25

30

La desventaja del orden seguido en el procedimiento convencional conocido reside en que las resinas poliméricas naturales - como el PHB (polihidroxibutirato) o PLA (siglas de ácido poliláctico) - que tienen un punto de fusión elevado, no funden y si se aumenta la temperatura para superar el punto de fusión de dichas resinas, se corre el riesgo de que los otros productos se degraden durante el proceso de fabricación del adhesivo hot melt o termofusible.

35

Igualmente, cabe destacar que en la actualidad hay una elevada demanda de productos, como por ejemplo adhesivos, que contienen un elevado porcentaje de compuestos

sostenibles, y que permitan alcanzar los estándares de biodegradabilidad establecidos para el cumplimiento de la norma EN ISO 14855-1:20212

5 Es por ello que el solicitante de la presente invención detecta la necesidad de desarrollar un procedimiento que permita la obtención de un adhesivo termofusible sostenible usando una resina polimérica natural sin que tenga lugar durante su preparación la degradación de algunos de sus componentes, y cuyo adhesivo termofusible obtenido presente un contenido en materia prima natural cercano al 100%, en contraposición a los adhesivos hot melt conocidos en los que la materia prima natural o renovable supone un 50% o un 60% como máximo.

### DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

15 El objeto de la invención concierne a un procedimiento de fabricación de un adhesivo termofusible basado en materias primas sostenibles de procedencia natural o materias respetuosas con el medio ambiente, de forma que se obtiene un bio-adhesivo termofusible, con un contenido de entre el 83% y el 92% de materia prima natural.

20 Así, mediante el procedimiento de la presente invención se obtiene un producto de alto valor añadido y con carácter sostenible, que está basado en una resina polimérica natural, una cera - ya sea animal o vegetal-, resinas vegetales y/o resinas poliméricas biodegradables, de forma que el adhesivo termofusible sostenible obtenido presenta las mismas características mecánicas que un adhesivo petroquímico.

25 Tal y como se ha detallado anteriormente, el procedimiento de la invención se basa en la mezcla en un orden concreto y a unas condiciones particulares que posibilitan la obtención de un bio-adhesivo termofusible. Así, el adhesivo termofusible, también conocido como hot melt, es un material termoplástico sólido a temperatura ambiente, que cuando se aplica en estado líquido se adhiere a una superficie en el momento que se enfría.

30 Para ello, el procedimiento que se preconiza comprende las siguientes etapas ejecutadas necesariamente en el orden indicado:

- calentamiento de un reactor a una temperatura de, al menos, 190°C,
- 35 - adición en el reactor de una primera cantidad de una resina polimérica natural de PLA,

- PHB o PHBV (siglas que corresponden a poli(3-hidroxi-butirato-co-3-hidroxi-valerato) que incluye un copolímero de EBA (siglas que corresponden al Etileno acrilato de butilo), adición que tiene lugar con una agitación de, al menos, 20 rpm,
- fusión de la primera cantidad de la resina polimérica natural tras, al menos, 6 minutos,
  - 5 - adición y agitación en el reactor de una segunda cantidad de la misma resina polimérica natural,
  - fusión de la segunda cantidad de la resina polimérica natural tras al menos 6 minutos,
  - agitación a una velocidad de entre 10 rpm y 20 rpm,
  - 10 - adición a una temperatura de entre 175°C y 180°C de una resina tacktificante que es un monoterpeno bicíclico insaturado o un éster de glicerol de colofonia hidrogenada, adición que tiene lugar con una agitación de entre 10 rpm y 20 rpm,
  - fusión de la resina tacktificante tras, al menos, 3 minutos,
  - agitación a una velocidad de entre 50 rpm y 100 rpm,
  - 15 - adición de cera de carnaúba, de arroz, de abeja o de candelilla, mientras tiene lugar la agitación a una velocidad de entre 50 rpm y 100 rpm, reduciendo la temperatura de la mezcla a una temperatura entre 170°C y 175°C.
  - fusión de la cera,
  - agitación de la mezcla a una velocidad de entre 450 rpm y 500 rpm durante al menos 4 minutos a una temperatura de entre 170°C y 175°C, y
  - 20 - extracción del adhesivo termofusible del reactor.

Preferentemente, tras la extracción del adhesivo termofusible se procede a su extrusión en un hilo, corte y almacenamiento.

- 25 Conforme al procedimiento detallado anteriormente se obtiene un adhesivo termofusible que está formado por la resina tacktificante en un porcentaje de entre 40% y 50% de la masa total, por la cera en un porcentaje de entre 5% y 10% de la masa total, por la resina polimérica natural en un porcentaje de entre 30% y 40%, de la masa total y por el copolímero de EBA en un porcentaje de entre 9% y 15% de la masa total. Por todo lo anterior, se obtiene un adhesivo
- 30 termofusible con un porcentaje de entre 83%-92% de contenido sostenible de la masa total.

Ventajosamente, el procedimiento de la presente invención genera menos residuos y permite la reducción del consumo de materias primas de origen petroquímico.

5 Cabe señalar de forma adicional que el bio-adhesivo termofusible obtenido por el procedimiento de la presente invención es aplicado a sustratos plásticos (rígidos o flexibles) basados en biopolímeros o sustratos naturales. Además, los bio-adhesivos obtenidos se emplean preferentemente en laminación en continuo de la industria textil-hogar y en packaging (envases) de cartón, por ejemplo, aplicado sobre sustratos celulósicos.

### **BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS**

10 Para complementar la descripción que seguidamente se va a realizar y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características del invento, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica del mismo, se acompaña como parte integrante de dicha descripción, un juego de planos en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

15 La figura 1 muestra la variación de los módulos elástico ( $G'$ ) y viscoso ( $G''$ ) en función de la temperatura para un ejemplo de adhesivo termofusible sostenible obtenido conforme un ejemplo de realización del procedimiento de la presente invención.

20 La figura 2 muestra los resultados de la variación del módulo elástico ( $G'$ ) y viscoso ( $G''$ ) en función de la frecuencia oscilatoria ( $\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$ ) para el mismo ejemplo de adhesivo termofusible sostenible ensayado de la figura 1.

25 La figura 3 muestra la variación de los módulos elástico ( $G'$ ) y viscoso ( $G''$ ) en función de la temperatura para un ejemplo de adhesivo termofusible sostenible realizado conforme al procedimiento de la presente invención y una muestra de referencia comercial.

### **REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION**

30 Se detallada seguidamente la preparación de una realización preferente del procedimiento para la fabricación de un adhesivo termofusible objeto de la presente invención:

En primer lugar, se procede al calentamiento de un reactor a una temperatura de acondicionamiento de  $190^{\circ}\text{C}$  en un tiempo no superior a los 10 minutos.

35

En la siguiente tabla se especifican las cantidades de cada componente utilizadas para la preparación del adhesivo termofusible objeto de la presente invención, cantidades expresadas en porcentajes (%):

**Tabla 1:** Componentes del adhesivo termofusible sostenible de la invención.

Componente	Tipos empleados	Contenido
Resina polimérica natural	PLA, PHB y PHBV	40-30%
Copolímero incluido en la resina polimérica	EBA27 y EBA33	15-9%
Resina tacktificante	Monoterpenos bicíclicos insaturados, éster de glicerol de colofonia hidrogenada	50-40%
Cera	Ceras de carnaúba, cera de arroz, cera de abeja, cera de candelilla	10-5%

5

Así, el copolímero EBA27 presenta un contenido del 27% de butil acrilato, mientras que el copolímero EBA33 presenta un contenido del 33% de butil acrilato.

10

Conforme a los datos de la tabla 1, la suma del contenido de los componentes de origen sostenible corresponde a un porcentaje de entre 83% y 92% de la masa total.

15

Tras acondicionar la temperatura del reactor, se procede a la adición de una primera cantidad de una resina polimérica natural de PLA, PHB o PHBV, la cual incluye un copolímero de EBA, adición que tiene lugar con una agitación de, al menos, 20 rpm,

20

El vertido de la resina polimérica natural se produce en dos etapas diferentes, primero el 50% de la cantidad, y una vez esté fundido de forma parcial o completa, se añade el 50% restante.

El tiempo transcurrido en la fusión es de entre 12 y 14 minutos, es decir entre 6 y 7 minutos en fusión por cada vertido de resina polimérica natural. El motivo de realizar el vertido en dos tandas es agilizar y fundir de forma más rápida el material.

25

Seguidamente y tras una agitación de la mezcla a una velocidad de entre 10 rpm y 20 rpm, se procede a la adición a una temperatura de entre 175°C y 180°C de una resina tacktificante que es un monoterpeno bicíclico insaturado o un éster de glicerol de colofonia hidrogenada. Dicha adición tiene lugar con una agitación de entre 10 rpm y 20 rpm,

5

Si la resina tacktificante añadida presenta un alto punto de fusión (por encima de 80 °C), se realiza dicha adición en dos etapas de 3 minutos cada una. La temperatura se reduce a un intervalo de 175-180 °C. Si la resina tacktificante se añade en una etapa, el tiempo de espera es de 4 minutos máximo. Una vez añadido y fundido, se procede a realizar una agitación a una velocidad de entre 50 rpm y 100 rpm.

10

La siguiente etapa consiste en la adición de cera de carnaúba, de arroz, de abeja o de candelilla, mientras tiene lugar la agitación a una velocidad de entre 50 rpm y 100 rpm, reduciendo la temperatura de la mezcla entre 170°C y 175°C. Tras su fusión completa, se incrementa la velocidad a 450 rpm-500 rpm, y tras 4-5 minutos, se extrae el adhesivo termofusible.

15

Cabe destacar que, en los ensayos realizados, se ha constado que la masa total es reproducible, ya que se han preparado mezclas en diferentes escalas, dando resultados muy similares y reproducibles.

20

A continuación, se muestran los ensayos realizados para la caracterización de los adhesivos sostenibles tipo "hot-melt" para aplicación en procesos de laminación en continuo obtenidos conforme al procedimiento de la presente invención. Los ensayos realizados fueron un test de adhesión a pelado, reología y biodegradabilidad.

25

Seguidamente se detallan tanto las composiciones de las muestras elaboradas de adhesivos termofusibles sostenibles conforme al objeto de la invención, como las composiciones de las referencias comerciales empleadas para el estudio comparativo de comportamiento.

En la tabla 2 se detallan las muestras elaboradas de adhesivos termofusible conforme al objeto de la presente invención.

Tabla 2.

Ref	POLÍMERO		TACKTIFICANTE		CERA		Contenido BIO (%)
	Tipo de resina polimérica	Contenido (%)	Tipo de resina Tacktificante	Contenido (%)	Tipo de cera	Contenido (%)	
BM-4	EBA27	17	F90	33	Carnaúba	17	83
	PHB	33					
BM-7	EBA27	17	F90	33	Carnaúba	17	83
	PHBV	33					
BM2-3	EBA27	14	DH	45	Carnaúba	5	86
	PLA	36					
BM2-16	EBA27	14	DH	45	Arroz	5	86
	PHB	36					
BM2-17	EBA27	14	DH	45	Candelilla	5	86
	PLA	36					
BM2-19	EBA27	17	DLS	33	Carnaúba	17	86
	PLA	33					
BM2-26	EBA27	8	DLS	42	-	-	92
	PHA	33	5006	17			

Donde F90 corresponde a un éster de colofonia hidrogenado, DH corresponde a una resina fenólica politerpénica, DLS corresponde a una resina de colofonia esterificada con pentaeritritol y 5006 es un poliéster hidroxilado en estado líquido.

Por otro lado, en la Tabla 3 se muestra las referencias comerciales y su contenido sostenible o BIO que presenta en su composición total.

Tabla 3.

Referencia Comercial	Composición BIO (%)	Base de producto
1	60	Base polimérica EVA (Etilvinilacetato)
2	54	
3	51	
4	32	
5	64	

Cabe señalar que los adhesivos comerciales con los que han sido comparados los adhesivos termofusible sostenibles de la invención tienen aplicación en el sector del packaging, concretamente, se usan para aplicar sobre cajas de cartón corrugado, bolsas y sacos envases flexibles, cerrado de cajas y etiquetado. Así mismo, se ha formulado una referencia de origen 100% petroquímico (BM-2), usada comúnmente en la industria adhesiva para comparar los resultados.

Todas las muestras han sido caracterizadas por medio de diferentes técnicas, las cuales se muestran a continuación.

5 Adhesión.

10 La resistencia al pelado de los adhesivos termofusible sostenibles de la presente invención ha sido determinada en uniones de polietileno/tejido de poliéster. Las fuerzas de pelado fueron evaluadas, de acuerdo a la norma estandarizada ASTM D903, empleando una velocidad de separación constante de 152,4 mm/min, utilizando una Máquina Universal de Ensayos. La resistencia al pelado, expresada como la fuerza (kN) por unidad de anchura (mm), dando como resultado el promedio obtenido de 6 replicados.

15 En la tabla 4 se muestran los resultados medidos de fuerza de pelado, expresada en kN/m, para muestras con diferentes porcentajes de contenido sostenible, tanto para las muestras comerciales como las muestras de adhesivos termofusible preparados conforme al objeto de la presente invención:

Tabla 4.

Referencia	Contenido BIO (%)	Fuerza de pelado (kN/m)	Tipo de fallo
<i>Ref. Comercial 1</i>	60	0,427 ± 0,245	Fallo de adhesión
<i>Ref. Comercial 2</i>	54	2,496 ± 0,257	Fallo de cohesión adhesivo
<i>Ref. Comercial 3</i>	51	4,163 ± 0,787	Fallo de cohesión adhesivo
<i>Ref. Comercial 4</i>	32	5,594 ± 1,167	Fallo de cohesión adhesivo
<i>Ref. Comercial 5</i>	64	2,941 ± 0,121	Fallo de cohesión adhesivo
BM-2	0	2,180 ± 0,625	Fallo de adhesión
BM-4	83	1,456 ± 0,146	Fallo de adhesión
BM-7	83	1,462 ± 0,280	Fallo de adhesión
BM2-3	86	0,831 ± 0, 071	Fallo de adhesión
BM2-16	86	1,361 ± 0,103	Fallo de adhesión
BM2-17	86	1,461 ± 0,077	Fallo de adhesión
BM2-19	86	1,849 ± 0,104	Fallo de adhesión
BM2-26	92	1,544 ± 0,130	Fallo de adhesión

5 Los niveles de adhesión a pelado han sido muy competitivos respecto a las referencias comerciales, llegando en algunos a casos a mejorar sus niveles de adhesión. Los materiales tienen diferentes contenidos de material BIO, lo que influye significativamente en la fuerza de pelado.

10 Por último, el fallo de adhesión producido en el ensayo de la unión es diferente. En los adhesivos comerciales (excepto en la referencia comercial 1), se tiene un fallo de cohesión del adhesivo, y en adhesivos termofusible sostenibles de la invención se obtuvo un fallo de adhesión:

- 15 - Fallo adhesivo. Fallo de unión de las interfaces entre el sustrato y adhesivo.
- Fallo cohesivo. Cuando la fractura está en el adhesivo, rompiendo las fuerzas de cohesión del mismo.

La mejora de las propiedades adhesivas al aumentar el contenido de material bio se ha podido explicar mediante los ensayos de reología llevados a cabo. A continuación, se muestra la variación de los módulos elástico y viscoso para las referencias BM2-26 y la referencia comercial 2.

#### Ensayos de reología.

Las propiedades reológicas de los adhesivos termofusible sostenibles de la presente invención fueron evaluadas en un reómetro de deformación controlada, empleando una geometría de platos paralelos de 20 mm de diámetro.

Las rampas de temperatura descendentes se realizaron a la frecuencia de 1 Hz y en el rango de temperaturas de 200°C-30°C, aunque el límite inferior de temperatura estuvo condicionado por la dureza del adhesivo, ya que, en ocasiones, el torque máximo de medida del reómetro se superó a temperaturas mayores de 30°C. Ambos tipos de ensayos fueron realizados dentro del intervalo viscoelástico lineal, previamente determinado a través de barridos de deformación, a 1 Hz y 150°C. En todos los casos, se llevó a cabo un protocolo de pre-acondicionamiento de la muestra del adhesivo termofusible sostenible consistente en la aplicación de la temperatura de comienzo del ensayo durante 10 minutos antes de la realización del ensayo.

A modo de ejemplo, la figura 1 y la figura 2 muestran la variación de los módulos elástico ( $G'$ ) y viscoso ( $G''$ ) en función de la temperatura y de la frecuencia, respectivamente, para la muestra BM2-26 que es un adhesivo termofusible sostenible obtenido conforme al ejemplo de realización del procedimiento de la presente invención detallado anteriormente.

Así, en la figura 1 se representa la temperatura, expresada en °C, en el eje de abscisas, mientras que en el eje de ordenadas se representa el módulo, tanto elástico como viscoso, expresado en Pascales, donde la serie de datos A corresponde al módulo elástico ( $G'$ ) y la serie de datos B corresponde al módulo viscoso ( $G''$ ) para la muestra BM2-26.

Por otro lado, en la figura 2 se representa la frecuencia, expresada en  $\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$ , en el eje de abscisas, mientras que en el eje de ordenadas se representa el módulo, tanto elástico como viscoso, expresado en Pascales donde la serie de datos A corresponde al módulo elástico

(G') y la serie de datos B corresponde al módulo viscoso (G'') para la muestra BM2-26.

La Figura 3 muestra los resultados obtenidos de la variación del módulo elástico (G') y el módulo viscoso (G'') en función de la temperatura para las muestras BM2-26 y la referencia comercial 2 a modo de ejemplo. Así, en la figura 3 se representa la serie de datos A para el módulo elástico (G') para la muestra BM2-26, la serie de datos B corresponde al módulo viscoso (G'') para la muestra BM2-26, mientras que la serie de datos C corresponde al módulo elástico (G') de la referencia comercial 2 y la serie de datos D corresponde al módulo viscoso (G'') de la referencia comercial 2. De forma que en la figura 3 se representa la temperatura, expresada en °C, en el eje de abscisas, mientras que en el eje de ordenadas se representa el módulo, tanto elástico como viscoso, expresado en Pascales.

La reología es la rama de la física de medios continuos que se dedica al estudio de la deformación y el flujo de la materia. Los adhesivos termofusibles están conformados por polímeros termoplásticos de peso molecular (MW) relativamente alto, lo que les otorga una alta rigidez. No obstante, los polímeros de alto MW por lo general no tienen suficiente potencia adhesiva (pegajosidad) por su cuenta, de modo que estos productos se combinan con una variedad de aditivos, que pueden incluir plastificantes, tacktíficantes y estabilizantes, para aumentar el rendimiento adhesivo. Los adhesivos termofusibles se aplican en un estado fundido y deben fluir fácilmente sobre superficies para garantizar su humectación y adhesión. Es por esto que las pruebas de la viscosidad u otras propiedades viscoelásticas en función de la temperatura, realizadas con un reómetro, son fundamentales para garantizar un correcto rendimiento del adhesivo. Además, los adhesivos termofusibles deben ser estables con el tiempo para formar una unión resistente. Al conocer las características reológicas, su idoneidad para una tarea dada puede determinarse por la modificación de su formulación.

En comparación a los productos comerciales, los adhesivos termofusibles sostenibles de la presente invención presentaban dos claras diferencias recogidas en la figura 3. La temperatura de cruce de los módulos ocurre prácticamente a la misma, 53°C para el adhesivo termofusible sostenible de la invención (BM2-26) y a una temperatura de 57°C para la referencia comercial 2. No obstante, el cruce de módulos se produce de forma más abrupta en el adhesivo termofusible sostenible de la invención (BM2-26) debido en gran medida, al alto contenido en material bio presente en la muestra (92%). La segunda de las diferencias y cualidad de los adhesivos termofusibles sostenibles de la invención es la proximidad de los módulos G' y G'' en un amplio rango de temperatura, aportando al producto un alto grado de

cohesión, pero con capacidad de ser aplicado con facilidad. Todos los adhesivos termofusibles sostenibles de la invención están en esta línea, sufriendo ligeras variaciones.

5 El adhesivo termofusible sostenible de la invención es un adhesivo más cristalino a bajas temperaturas, pero en el momento de su aplicación (altas temperaturas), el peso molecular del producto por unidad no disminuye, aunque no se precisan de altas velocidades de cizalla para aplicar el producto. Estas dos combinaciones permiten obtener un buen resultado en las pruebas de adhesión.

10 Biodegradabilidad.

La muestra BM2-3, un adhesivo termofusible sostenible preparado conforme a la presente invención, ha sido analizada mediante el ensayo de biodegradabilidad y tiene un 86% de material natural o bio. La norma de biodegradabilidad usada es la siguiente y consta de 15 diversas etapas que se listan y describen a continuación:

**Primera etapa.** Los requisitos del ensayo de preparación del inóculo según la norma EN-ISO 14855-1 :2012 son los siguientes:

- 20 - El contenido en sólidos secos totales debe estar entre el 50% y 55% de los sólidos húmedos.
- Los sólidos volátiles deben ser más del 15% aproximadamente de los sólidos húmedos.
- El pH debe de estar entre 7,0 y 9,0.

25 Los resultados de esta primera verificación se muestran en la tabla 5.

**Tabla 5:** Resultados del ensayo según la norma EN-ISO 14855-1 :2012.

Sólidos secos totales (%)	Sólidos volátiles totales (%)	pH
55	18	8,3

**Segunda etapa.** EN ISO 14855-1:2012 (Punto 8.2).

30 Los resultados del ensayo de la segunda etapa están recogidos en la tabla 6.

**Tabla 6:** Resultados del ensayo según la norma EN-ISO 14855-1 :2012. Contenido de carbono orgánico total – Punto 8.2.

Recipiente	Material	Carbono orgánico total (g/recipiente)
4	Adhesivo termofusible sostenible (BM2-3)	32,03
5		31,45
6		32,80
7	Material de referencia	24,11
8		24,44
9		23,62

**Tercera etapa.** EN ISO 14855-1:2012 (Punto 8.3).

5 Los resultados del ensayo de la tercera etapa están recogidos en la tabla 7.

**Tabla 7:** Resultados del ensayo según la norma EN-ISO 14855-1 :2012 – Punto 8.3.

Material	Recipiente (nº)								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Compost	499,7 g	471,6 g	470,4 g	511,2 g	498,1 g	510,3 g	532,8 g	532,3 g	528,3 g
Material de referencia							88,8 g	90 g	87 g
Adhesivo termofusible sostenible (BM2-3)				83 g	81,5 g	85 g			

**Cuarta etapa.** EN ISO 14855-1:2012 (Punto 9.4).

10 Los resultados del ensayo de la cuarta etapa están recogidos en las tablas 8, 9 y 10.

**Tabla 8:** Resultados del ensayo según la norma EN-ISO 14855-1 :2012. CO<sub>2</sub> generado al final del ensayo – Punto 9.4.

Recipiente	Material	CO <sub>2</sub> generado al final del ensayo (mg)
1	Compost	43.690,7
2		43.881,2
3		45.889,4
	Media	44.487,1

5

**Tabla 9:** Resultados del ensayo según la norma EN-ISO 14855-1 :2012. CO<sub>2</sub> generado al final del ensayo y Grado de biodegradabilidad (%) - Punto 9.4.

Recipiente	Material	CO <sub>2</sub> generado al final del ensayo (mg)	Grado de biodegradabilidad (%)
4	Adhesivo termofusible sostenible (BM2-3)	52523,9	82,43
5		51989,4	79,81
6		53123,8	84,46
	Media	52545,7	82,23

**Tabla 10:** Resultados del ensayo según la norma EN-ISO 14855-1 :2012. CO<sub>2</sub> generado al final del ensayo y Grado de biodegradabilidad (%) Punto 9.4.

Recipiente	Material	CO <sub>2</sub> generado al final del ensayo (mg)	Grado de biodegradabilidad (%)
7	Material de referencia	51483,1	89,0
8		52117,9	94,5
9		51889,4	98,2
	Media	51830,1	93,9

10 **Quinta etapa.** EN ISO 14855-1:2012 (Punto 9.4).

Para la referencia del adhesivo termofusible sostenible (BM2-19) se detallan en la tabla 11 los requisitos para la validez del ensayo de acuerdo a la normativa UNE-EN-ISO 14855-1:2013.

15

**Tabla 11:** Requisitos de cumplimiento de la norma UNE-EN-ISO 14855-1:2013 - Punto 9.4.

Requisitos	Resultado	Conclusión
El grado de biodegradación del material de referencia debe ser más del 70% después de 45 días.	82,23%	CUMPLE
La diferencia entre el porcentaje de biodegradación del material de referencia en los recipientes de compostaje debe ser menor del 20% al final del ensayo	9%	CUMPLE
El inóculo en el blanco debe generar más de 50 mg pero menos de 150 mg de dióxido de carbono por gramo de sólidos volátiles después de 10 días de incubación.	139 mg	CUMPLE

A la vista de los resultados obtenidos en la tabla 11, se concluye que el adhesivo termofusible sostenible (muestra BM2-3) ensayado, el cual presenta la mínima cantidad de material natural, es biodegradable según la norma EN ISO 14855-1:2012.

## REIVINDICACIONES

1ª.- Procedimiento para la fabricación de un adhesivo termofusible, caracterizado por que comprende las etapas ejecutadas en el siguiente orden:

5

- calentamiento de un reactor a una temperatura de, al menos, 190°C,
- adición en el reactor de una primera cantidad de una resina polimérica natural de PLA, PHB o PHBV que incluye un copolímero de EBA, adición que tiene lugar con una agitación de, al menos, 20 rpm,

10

- fusión de la primera cantidad de la resina polimérica natural tras, al menos, 6 minutos,
- adición y agitación en el reactor de una segunda cantidad de la misma resina polimérica natural,
- fusión de la segunda cantidad de la resina polimérica natural tras al menos 6 minutos,
- agitación a una velocidad de entre 10 rpm y 20 rpm,

15

- adición a una temperatura de entre 175°C y 180°C de una resina tacktificante que es un monoterpeno bicíclico insaturado o un éster de glicerol de colofonia hidrogenada, adición que tiene lugar con una agitación de entre 10 rpm y 20 rpm,
- fusión de la resina tacktificante tras, al menos, 3 minutos,
- agitación a una velocidad de entre 50 rpm y 100 rpm,

20

- adición de cera de carnaúba, de arroz, de abeja o de candelilla, mientras tiene lugar la agitación a una velocidad de entre 50 rpm y 100 rpm, reduciendo la temperatura del reactor entre 170°C y 175°C.

25

- fusión de la cera,
- agitación de la mezcla a una velocidad de entre 450 rpm y 500 rpm durante al menos 4 minutos a una temperatura de entre 170°C y 175°C, y
- extracción del adhesivo termofusible,

de forma que el adhesivo termofusible obtenido está formado por la resina tacktificante en un porcentaje de entre 40 y 50% de la masa total, por la cera en un porcentaje de entre 5 y 10% de la masa total, por la resina polimérica natural en un porcentaje de entre 30 y 40%, de la masa total y por el copolímero de EBA en un porcentaje de entre 9 y 15% de la masa total, generando un adhesivo termofusible con un porcentaje de entre 83-92% de contenido bio de la masa total.

35

2ª.- Procedimiento para la fabricación de un adhesivo termofusible, según reivindicación 1ª, caracterizado por que antes de la adición de cera y cuando el punto de fusión de la resina tacktificante está por encima de 8 °C, se procede a una segunda adición de resina tacktificante, y a su fusión durante un máximo de 4 minutos.

5

3ª.- Procedimiento para la fabricación de un adhesivo termofusible, según reivindicación 1ª, caracterizado por que tras la extracción del adhesivo termofusible se procede a su extrusión en un hilo, corte y almacenamiento.

10 4ª.- Procedimiento para la fabricación de un adhesivo termofusible, según reivindicación 1ª, caracterizado por que el copolímero de EBA que incluye la resina polimérica natural es el copolímero EBA27 o el copolímero EBA33.

15 5ª.- Adhesivo holt melt obtenido, conforme al procedimiento de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que comprende:

- una resina tacktificante de un monoterpeno bicíclico insaturado o un éster de glicerol de colofonia hidrogenada en un porcentaje de entre 40 y 50% de la masa total,
- una cera de carnaúba, de arroz, de abeja o de candelilla con un porcentaje de entre 5 y 10% de la masa total,
- 20 - una resina polimérica natural de PLA, PHB o PHBV en un porcentaje de entre 30 y 40%, de la masa total, y
- un copolímero de EBA en un porcentaje de entre 9 y 15% de la masa total,

25 donde el 83-92% de la masa total del adhesivo termofusible corresponde a un contenido bio.

6ª.- Adhesivo termofusible, según reivindicación 5ª, caracterizado por que el copolímero de EBA que incluye la resina polimérica natural es el copolímero EBA27 o el copolímero EBA33.

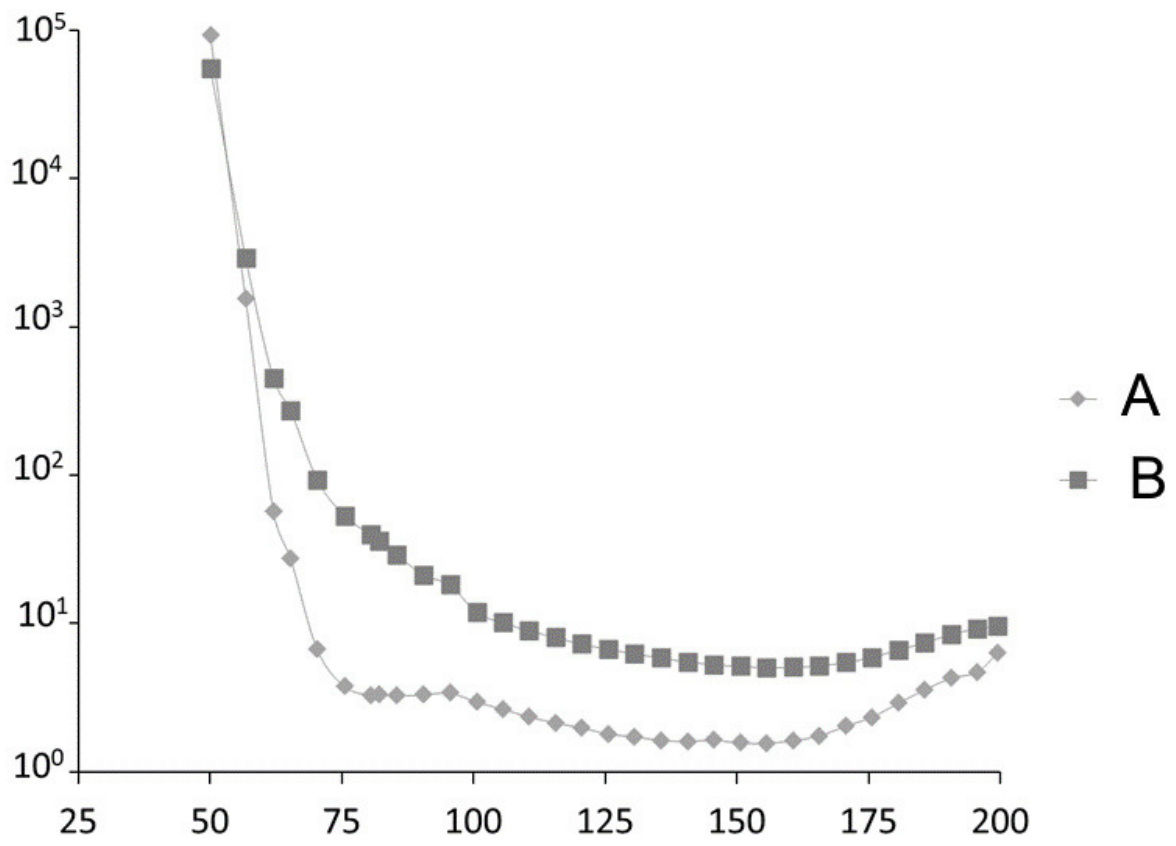


FIG.1

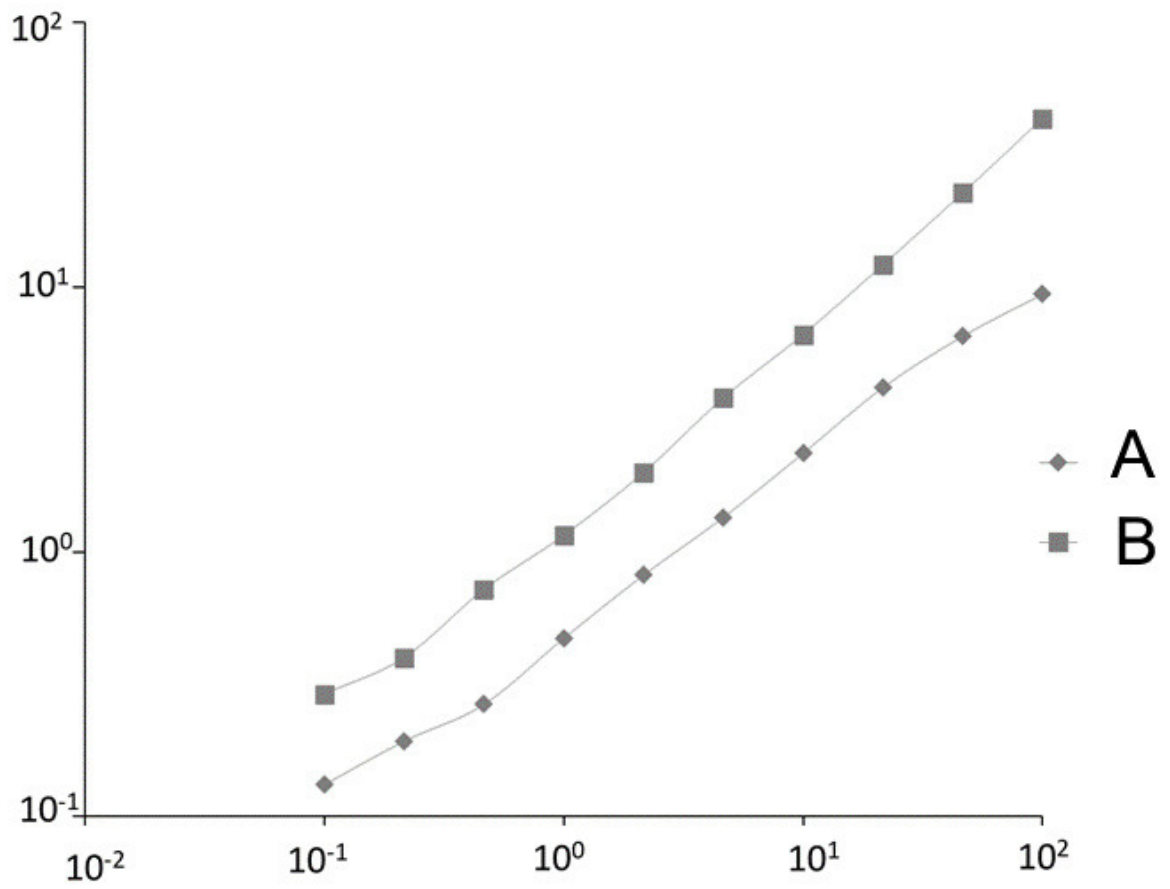


FIG.2

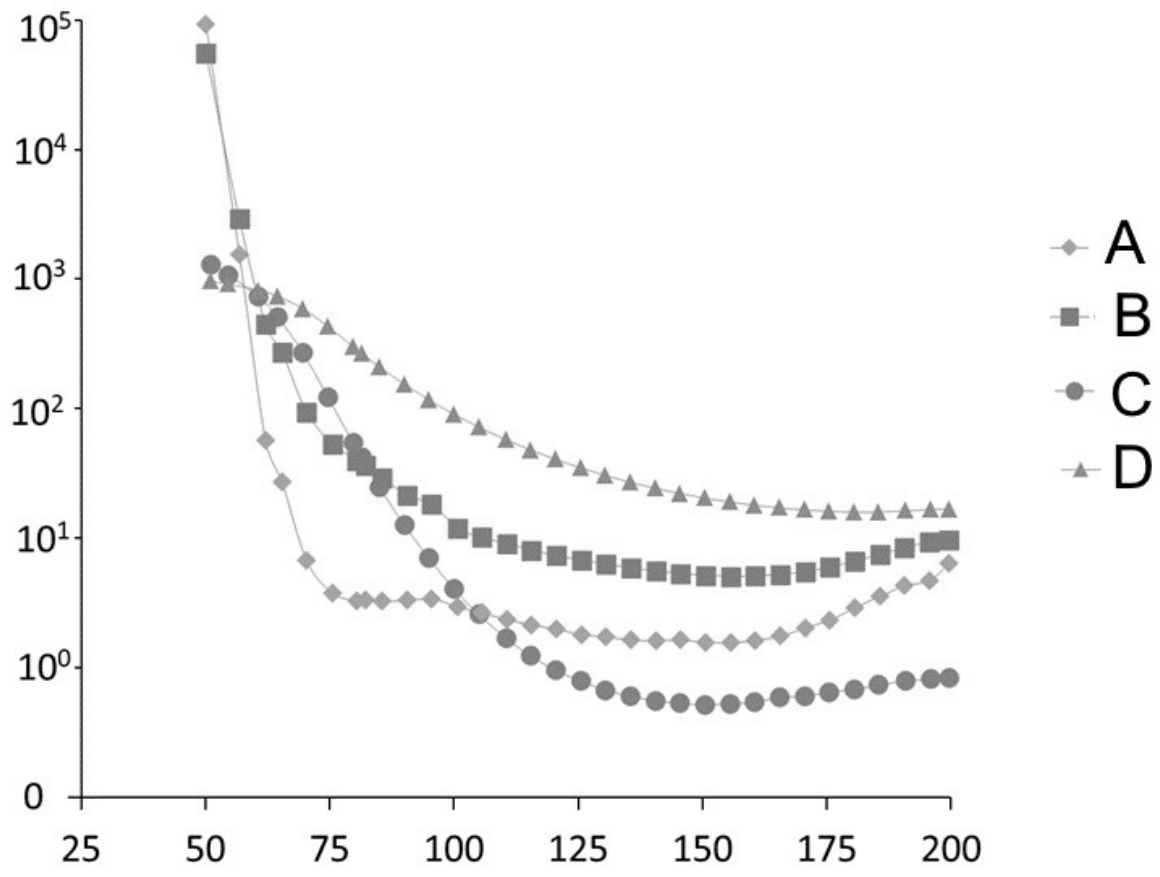


FIG.3



- ②① N.º solicitud: 202231116  
②② Fecha de presentación de la solicitud: 29.12.2022  
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	WO 9410257 A1 (NAT STARCH CHEM INVEST) 11/05/1994, página 1 línea 34-página 2 línea 12, pág. 5 lin. 3-22, pág. 6 lin. 21-26, pág. 7 lin. 10-29, pág. 7 lin. 30-pág. 8 lin. 5.	1-6
A	US 5169889 A (KAUFFMAN THOMAS et al.) 08/12/1992, columna 1 líneas 37-50, col. 4 lín. 30-43, reivindicaciones 1, 2 y 4.	1-6
A	WO 2018007548 A1 (REPSOL SA) 11/01/2018, pag. 5 lin. 3-5, pag. 14 lin. 13-28, pag. 15 lin. 23-30	1-6
A	CN 108841352 A (CHANGSHA LEYUAN NEW MATERIAL TECH CO LTD) 20/11/2018, párrafos 0011, 0014, 0023, 0033, ejemplo 1 y reivindicación 1.	1-6

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

**El presente informe ha sido realizado**

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe  
23.05.2023

Examinador  
B. de Luis Fernández

Página  
1/2

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

**C09J167/00** (2006.01)

**C09J167/04** (2006.01)

**C08L101/16** (2006.01)

**C08L67/04** (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C09J, C08L

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, NPL