



①9



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

①1 Número de publicación: **2 310 813**

⑤1 Int. Cl.:
C08F 297/04 (2006.01)
C09J 153/02 (2006.01)
A61L 15/24 (2006.01)
A61L 15/30 (2006.01)

①2

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑨6 Número de solicitud europea: **05716671 .2**
⑨6 Fecha de presentación : **11.02.2005**
⑨7 Número de publicación de la solicitud: **1720921**
⑨7 Fecha de publicación de la solicitud: **15.11.2006**

⑤4 Título: **Composición de adhesivo fundido en caliente para materiales no tejidos.**

③0 Prioridad: **19.02.2004 US 545837 P**

④5 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.01.2009

④5 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.01.2009

⑦3 Titular/es: **KRATON Polymers Research B.V.**
P.O. Box 37666
1030 BH Amsterdam, NL

⑦2 Inventor/es: **Dubois, Donn A.**

⑦4 Agente: **Manresa Val, Manuel**

ES 2 310 813 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de adhesivo fundido en caliente para materiales no tejidos.

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a una composición de adhesivo fundido en caliente para materiales no tejidos. Más particularmente, la presente invención se refiere a composiciones de adhesivo fundido en caliente para la fabricación de artículos sanitarios como pañales para niños y adultos, compresas, compresas de incontinencia, cojines para cama, compresas íntimas, protectores de bragas y similares, que comprenden al menos un elemento de material no tejido, y además copolímeros en bloque para su uso.

Estado de la técnica

Dichos copolímeros en bloque se conocen generalmente en la técnica, tal como se describe en los documentos WO 9102039, EP 0532831A y EP 0802251A, y los copolímeros que comprenden bloques de poli(estireno) terminales y uno o más bloques de poli(isopreno) centrales, más particularmente, en las composiciones de adhesivo fundido en caliente se usan copolímeros en tribloque para la fabricación de artículos desechables. Más específicamente, en las composiciones de adhesivo fundido en caliente, en la industria de los pañales se usan copolímeros en tribloque con un contenido en poli(estireno) de 25% a 35% en peso y un peso molecular total aparente de 140.000 a 145.000 (p. ej., copolímero en bloque KRATON® D-1165) de dos maneras:

1. como un montaje adhesivo para pegar la estructura principal del poli(etileno) del pañal y
2. como un adhesivo de fijación para pegar las fijaciones elásticas que se usan como bandas de cintura y piernas.

Dichos adhesivos deben estar ligeramente pigmentados, ser transparentes, desprender poco olor, ser pulverizables a 149°C (300°F), mostrar una buena adhesión a las películas de poli(olefina) y no penetrar la lámina trasera de material no tejido. Además deben ser relativamente económicos.

El adhesivo de fijación elástico se usa para adherir los hilos elásticos a las películas de polietileno y de material no tejido para formar una banda elástica para la cintura y las piernas. Se estiran múltiples filamentos de hilos elásticos, comúnmente un 300%, y se recubren con una composición adhesiva a una temperatura de 149°C (300°F), justo antes de ceñirlas dentro de las redes de poli(olefina) y de material no tejido. Como en la construcción de adhesivos, por lo general se pulverizan en espiral. Cuando los extremos del elástico se cortan en una parte posterior del proceso, el compuesto se contrae haciendo que las películas de material no tejido y poli(olefina) se arruguen formando una banda elástica.

Aunque los copolímeros en bloque, como el copolímero en bloque KRATON D-1165, ha demostrado tener un perfil de viscosidad y temperatura de fusión en caliente aceptable y una viscosidad suficientemente baja a las temperaturas de fusión en caliente normalmente aplicadas de hasta 160°C (320°F), lo que permite un procesamiento eficaz, aún existen necesidades económicas de más copolímeros en bloque que demuestren una eficacia de procesado, además de unas propiedades atractivas, que se indicarán más adelante.

Como es evidente, una viscosidad de fusión en caliente relativamente baja facilita una gran velocidad de producción en la línea de fabricación de pañales sin la producción de cantidades significativas de producto fuera de las especificaciones. Los problemas que normalmente provocan que dicho producto no cumpla las especificaciones pueden ser, por ejemplo, una degradación de la viscosidad del adhesivo, una decoloración del adhesivo, una alteración de la película de polietileno o la formación de carboncillo. Por consiguiente, en la actualidad aún se destinan esfuerzos de desarrollo a la fabricación de pañales.

Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es proporcionar unas composiciones de adhesivo mejoradas que muestren una viscosidad razonable a temperaturas de entre 138-160°C (280-320°F) para evitar los problemas mencionados anteriormente a la par que se permita su pulverización.

Otro objetivo de la presente invención, es la realización de artículos sanitarios que comprenden al menos una capa de material no tejido y fabricados usando dichas composiciones de adhesivo fundido en caliente mejoradas.

Como resultado de una extensa investigación y experimentación, se ha descubierto recientemente que los copolímeros en bloque radiales, que comprenden bloques terminales, predominantemente poli(estireno) y bloques centrales (I/B), ofrecen una buena viscosidad de fusión en caliente pulverizable a las temperaturas preferentemente aplicadas en la industria de los pañales, es decir, de 138 a 160°C (280-320°F). Además, estos polímeros radiales ofrecen una excelente estabilidad de color, un rendimiento adhesivo superior y una mejor estabilidad de su viscosidad en comparación con las composiciones de adhesivo convencionales basadas en el copolímero en bloque S-I-S.

Además, se ha descubierto que las composiciones de adhesivo fundido en caliente que comprenden dichos copolímeros en bloque que contienen bloques S-(I/B), presentan un aumento de cohesión.

Descripción de la invención

La presente invención se refiere a una composición de adhesivo fundido en caliente utilizado en montajes de material no tejido, que comprende:

- (a) 100 partes en peso de un copolímero en bloque de fórmula $[S-(I/B)]_n X$, en la que S representa predominantemente un bloque de poli(estireno) e (I/B) representa un bloque de polímero obtenido por copolimerización aleatoria de una mezcla predominantemente de isopreno y butadieno en una proporción de peso comprendida entre 70:30 y 30:70, en la que n es un número entero comprendido entre 3 y 5, preferentemente comprendido entre 3 y 4, y en la que X es el residuo de un agente de acoplamiento, en el que el copolímero en bloque tiene un contenido en poli(estireno) comprendido entre el 28% y el 50% en peso, una eficiencia de acoplamiento comprendida entre el 50 y el 100%, preferentemente comprendida entre el 50 y el 85% y un índice de fluidez medido a 200°C/5 kg, que oscila entre 1,0 y 12 g/10 min,
- (b) de 250 a 300 partes en peso de una resina fijadora,
- (c) de 50 a 150 partes en peso de un agente plastificante, y
- (d) opcionalmente de 0 a 3 partes en peso de estabilizantes y/o antioxidantes.

Otros aspectos de la presente invención incluyen artículos desechables tales como pañales para niños y adultos, compresas, compresas de incontinencia, cojines para cama, compresas íntimas, protectores de bragas que comprenden al menos un elemento de material no tejido y montado usando las composiciones de adhesivo mencionadas anteriormente, y los copolímeros en bloque específicos para su uso.

Las composiciones de adhesivo de la presente invención son útiles para aplicaciones como por ejemplo pañales desechables, artículos de higiene femenina, compresas de incontinencia, cojines para cama, paños quirúrgicos, batas y artículos similares. Se ha demostrado que los polímeros en semibloque mixtos y radiales de la invención pueden pulverizarse bien, incluso a viscosidades sorprendentemente altas. Otras características en comparación con los adhesivos de un material no tejido basados en la convención SIS incluyen una mayor estabilidad a la viscosidad, una mayor estabilidad del color con el calor y el paso del tiempo y una buena resistencia a la fricción para las formulaciones de fijaciones de fibras elásticas.

Relación de la invención

Los componentes principales de las composiciones de adhesivo de la presente invención son un copolímero en bloque (componente (a)), una resina fijadora, (componente (b)), un agente plastificante (componente (c)) y opcionalmente, estabilizantes y antioxidantes (componente (d)).

El copolímero en bloque de la presente invención está representado por una estructura de fórmula general $[S-(I/B)]_n X$, opcionalmente mezclada con un copolímero en dibloque S-(I/B) cuando la eficiencia de acoplamiento es inferior a 100%, en la que S representa predominantemente un bloque poli(estireno) e (I/B) representa un bloque de polímero obtenido por copolimerización aleatoria de una mezcla predominantemente de isopreno y butadieno, en la que la proporción de peso de isopreno y butadieno se encuentra comprendida entre 70:30 y 30:70 (o en una proporción mol/mol comprendida entre 1,1/0,55 y 0,45/1,3), y en la que n es un número entero comprendido entre 3 y 5, preferentemente comprendido entre 3 y 4, y en la que X es el residuo de un agente de acoplamiento, que a continuación se describe con un mayor detalle.

Las proporciones en peso de isopreno y butadieno preferentes se encuentran comprendidas entre 60:40 y 40:60 (o en una relación molar de 0,89/0,75 a 0,75/0,89). Más preferentemente, las proporciones en peso de isopreno y butadieno comprendidas entre 55:45 y 45:55.

Tal como se usan en la presente memoria descriptiva, los términos “predominantemente poli(estireno)” y “mezclas predominantemente de isopreno y butadieno” significan que además del monómero principal, es decir estireno por un lado, y por otro lado isopreno y butadieno, pueden haber uno o más comonómeros minoritarios en el monómero de inicio, en pequeñas cantidades, es decir hasta un 5% en peso de monómero copolimerizable. Sin embargo, preferentemente pueden usarse (co)monómeros sustancialmente puros para la preparación de los bloques respectivos.

Algunos ejemplos de comonómeros minoritarios, usados además del estireno, incluyen pero sin limitarse a los mismos, α -metilestireno, p-metilestireno, o-metilestireno, p-terc-butilestireno, dimetilestireno, viniltolueno, vinilxileno, difeniletileno y vinilnaftaleno o sus mezclas.

El semibloque de polímero mezclado (I/B) está formado por butadieno e isopreno como monómeros de copolimerización, aunque pueden contener también cantidades minoritarias de otros comonómeros, p. ej., hasta el 5% en peso de un monómero copolimerizable como por ejemplo el estireno (basado en el peso del bloque total), pero se prefieren mezclas de isopreno y butadieno sustancialmente puros.

ES 2 310 813 T3

En los copolímeros en bloque según la presente invención, el contenido de poli(estireno) (que puede incluir como-
números opcionales) se encuentra comprendido entre el 28 y el 50% en peso, preferentemente entre el 28 y el 35%
en peso, y más preferentemente entre el 29 y el 33% en peso, según el copolímero en bloque total. La proporción de
butadieno unido se encuentra comprendida entre 18 y 80% en peso, preferentemente de 40 a 70% en peso, en total. La
5 proporción de isopreno unido se encuentra comprendido entre el 15 y el 70% en peso, preferentemente entre el 30 y el
70% en peso. Estas cantidades de monómeros unidos (más monómeros copolimerizables, si los hubiera) suman hasta
el 100% en peso.

Los bloques de polímero S, presentan preferentemente un peso molecular comprendido entre 9.500 y 25.000, más
10 preferentemente entre 11.000 y 16.000.

Los copolímeros en bloque que se van a aplicar en las composiciones de adhesivo según la presente invención,
preferentemente tienen un peso molecular medio (Pm, expresado en términos de poliestireno) de 250.000 a 500.000,
más preferentemente de 150.000 a 230.000, tal como se determina por cromatografía de permeación en gel (GPC,
15 análogo al procedimiento descrito en el documento ASTM D5293-97).

Los copolímeros en bloque tienen un índice de fluidez, medido a 200°C/5 kg que oscila de 1,0 a 12 g/10 min.

Los copolímeros en bloque se aplican en las composiciones de adhesivo según la presente invención, conteniendo
20 preferentemente cada uno puentes de 1,2-vinilo y/o puentes de 3,4-vinilo en una proporción comprendida entre el 4 y
el 10% en peso, según el peso del conjugado dieno, (o comprendida entre el 0,08 y el 0,70 mol/mol en porcentaje).

Preferentemente, el bloque (I/B) tiene un contenido en vinilo en el butadieno polimerizado comprendido entre el 7
y el 12% en peso y un contenido en vinilo en el isopreno polimerizado comprendido entre el 4 y el 8% en peso. Más
25 preferentemente, el bloque (I/B) tiene un contenido en vinilo en el butadieno polimerizado comprendido entre el 7 y
el 9% en peso y un contenido en vinilo en el isopreno polimerizado comprendido entre el 4 y el 6% en peso.

Dichos copolímeros en bloque que se aplicarán como componente principal (a) en la composición de adhesivo,
tiene un bloque (I/B) copolimerizado aleatoriamente, que significa que el semibloque mixto no muestra una formación
30 de bloque de homopolímero único significativa. Dichos copolímeros en bloque se pueden preparar mediante una
variedad de procedimientos como por ejemplo los descritos en el documento WO 02057386.

Los copolímeros en bloque según la presente invención se pueden fabricar, p. ej., acoplando copolímeros en di-
bloque "en vivo" preparados por polimerización aniónica con un agente de acoplamiento. El agente de acoplamiento,
35 puede ser un agente de acoplamiento de estaño, como tricloruro de metilestaño, tetracloruro de estaño, agentes de
acoplamiento de sílice halogenada como tetracoloro de sílice y tetrabromuro de sílice, alcoxisilanos como tetrameto-
xisilano y alcanos halogenados como tricloroetano, tricloropropano y tribromopropano. Se prefieren el tetracloruro
de sílice, el tetrabromuro de sílice, el tetrametoxisilano u otros tetra(alcoxi)silanos.

El componente (a) del copolímero en bloque principal puede por lo tanto comprender una mezcla del polímero
acoplado según la fórmula general $[S-(I/B)]_n X$ y del bloque intermedio $S-(I/B)$, p. ej., en una proporción en peso
comprendida entre 100/0 y 20/80 y preferentemente entre 100/0 y 80/20.

El componente (a) del copolímero en bloque principal puede ser una adaptación simple de los procedimientos
45 habituales usados para la preparación de los copolímeros en bloque tipo $[S-B]_n X$ y/o de los copolímeros en bloque tipo
 $[S-I]_n X$, usando en su lugar una mezcla de butadieno/isopreno. El punto crucial en la preparación de los copolímeros
en bloque que se usarán según la presente invención es evitar la formación de bloques dieno de homopolímero para
garantizar la proporción (I/B) deseada.

Las resinas fijadoras que se usarán en las composiciones de adhesivo fundido en caliente de la presente invención
se pueden seleccionar entre una gran variedad de resinas que se sabe que se pueden aplicar en adhesivos fundidos
en caliente. Las resinas se pueden seleccionar entre resinas de hidrocarburos alifáticos modificadas como resinas de
hidrocarburos C5 modificadas (resinas C5/C9), resinas de terpeno estirenada, resinas de hidrocarburos C9 total o par-
cialmente hidrogenadas, resinas de hidrocarburos cicloalifáticos hidrogenadas, resinas de hidrocarburos cicloalifáticos
55 hidrogenadas aromáticas modificadas, y sus mezclas.

Los ejemplos preferidos de resinas que se pueden usar como componente (b) comprenden, pero sin limitarse a
las mismas: resinas de hidrocarburos incoloras y transparentes de la serie de resinas ESCOREZ[®], como por ejemplo
ESCOREZ 5600, ESCOREZ 5400, ESCOREZ 5300 y similares, o resinas de hidrocarburo de la serie de resinas
60 REGALITE[®], como por ejemplo resinas REGALITE[®] 1090, [®]7100, y [®]S-5100 y similares, o resinas de la serie
ARKON[®], como por ejemplo resinas ARKON[®] P y M.

Las resinas fijadoras sólidas preferidas tendrán unos puntos de reblandecimiento de anillo y bola comprendidos
entre 90°C y 105°C y tendrán un contenido RMN-H aromático comprendido entre 0 y 30%, preferentemente entre el
65 0 y el 12%.

En las composiciones de adhesivo fundido en caliente de la presente invención, el componente (b) está presente en
una cantidad comprendida entre 250 y 300 partes en peso de resina fijadora por 100 partes en peso de componente (a)

ES 2 310 813 T3

de copolímero en bloque. En las composiciones de adhesivo preferidas, el componente (b) se aplica en unas cantidades comprendidas entre 250 y 280 partes en peso de resina fijadora por 100 partes en peso de componente (a) de copolímero en bloque.

- 5 Los agentes plastificantes adecuados incluyen predominantemente, aceites plastificantes con un carácter parafínico o nafténico (distribución aromática del carbono, $\leq 5\%$, preferentemente $\leq 2\%$, más preferentemente 0% , según se determina de acuerdo con la norma DIN 51378) y una temperatura de transición vítrea inferior a -55°C medida por Calorimetría de Exploración Diferencial. Estos productos se encuentran disponibles comercialmente mediante el grupo empresarial Royal Dutch Shell Group, como por ejemplo, aceites SHELLFLEX[®], CATENEX[®], y
10 ONDINA[®]. Otros aceites incluyen aceite KAYDOL[®] de Witco, aceites TUFFLO[®] de Arco, NYPLAST[®] de NYNAS o CALSOL[®] 5555 de CALUMET LUBRICANTS. Otros plastificantes incluyen resinas fijadoras líquidas compatibles como REGALREZ[®] R-1018 o WINGTACK[®] 10.

- 15 También pueden agregarse otros plastificantes, como por ejemplo oligómeros de olefina, polímeros de bajo peso molecular ($\leq 30,000$ g/mol) como por ejemplo copolímeros de polibuteno líquidos o de polisopreno líquidos, copolímeros de estireno/isopreno líquidos o copolímeros de estireno/conjugado dieno hidrogenados líquidos, aceites vegetales y sus derivados, o parafina y ceras microcristalinas.

- 20 La composición de adhesivo fundido en caliente según la presente invención comprende un plastificante en una proporción en peso de 10 a 30% , con respecto al peso de la composición completa y de 50 a 150 partes en peso de plastificante por 100 partes en peso de componente (a) de copolímero en bloque. Preferentemente, la composición de adhesivo fundido en caliente comprende de 100 a 125 partes en peso de plastificante por 100 partes en peso de copolímero en bloque.

- 25 Como podrá apreciarse, el fabricante de dicho copolímero puede premezclar cada componente (a) de copolímero en bloque con una pequeña cantidad de plastificante.

- 30 Se puede incorporar una pluralidad de componentes de caucho en las composiciones de adhesivo según la presente invención. También se conoce en la técnica que se pueden agregar otros componentes diferentes para modificar la adhesividad, el olor y el color de los adhesivos.

- 35 También se pueden agregar antioxidantes y otros ingredientes estabilizantes como resinas compatibles de terminación de bloque como ENDEX[®] 160, para proteger al adhesivo de la degradación inducida por calor, luz y el procesamiento durante el almacenamiento. Existen varios tipos de antioxidantes que se pueden usar, o antioxidantes primarios como fenoles impedidos o antioxidantes secundarios como derivados de fosfato o sus mezclas.

- 40 Los ejemplos de antioxidantes comercialmente disponibles comprenden IRGANOX[®]565 de Ciba-Geigy (2,4-bis-(n-octiltio)-6-(4-hidroxi-3,5-di-terc-butilanilino)-1,3,5-triacina), IRGANOX 1010 de Giba-Geigy (tetraquisetilen-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxihidrocinnamato)metano) y POLYGARD[®]HR de Uniroyal (tris-(2,4-di-terc-butilfenil)fosfito). También se pueden usar otros antioxidantes desarrollados para evitar la gelificación de los segmentos de polibutadieno, como por ejemplo SUMILIZER[®] GS de Sumitomo (2[1-(2-hidroxi-3,5-di-terc-pentilfenil)etil]-4,6-di-terc-pentilfenilacrilato); SUMILIZER T-PD de Sumitomo (pentaeritiltetraquis(3-dodeciltiopropionato)), o sus mezclas.

- 45 En las composiciones de adhesivo fundido en caliente de la presente invención, se encuentran opcionalmente presentes uno o más estabilizantes y/o antioxidante. Por consiguiente, se encuentran presentes uno o más estabilizantes y/o antioxidantes en una cantidad que se encuentra comprendida entre 0 y 3 partes en peso de estabilizantes y/o antioxidantes por 100 partes en peso de componente (a) de copolímero en bloque. En las composiciones de adhesivo preferidas, el componente (d) se aplica en unas cantidades comprendidas entre 0,5 y 3 partes en peso, más preferentemente entre 0,5 y 2,5 partes en peso de componente (d) por 100 partes en peso de componente (a) de copolímero en bloque.

- 50 En el procedimiento de preparación de la composición de adhesivo no se impone ninguna limitación particular. Por lo tanto, se puede usar cualquier proceso, como un proceso de mezclado mecánico usando rodillos, un mezclador Banbury o un amasador Dalton, un proceso de fusión en caliente caracterizado porque la calefacción y la agitación se realizan usando una caldera de fusión equipada con un agitador, como un turboagitador, un mezclador con cuchilla en forma de Z de cizalla alta o un extrusor de tornillo único o doble, o un proceso disolvente en el que los componentes del compuesto se vierten en un disolvente adecuado y se agitan, obteniendo así una disolución íntima de la composición de adhesivo sensible a la presión.

- 55 Las composiciones de adhesivo fundido en caliente según la presente invención se aplican eficientemente como una composición de adhesivo de montaje o una composición de adhesivo de fijación para el montaje de artículos sanitarios, en particular pañales, que comprenden una estructura de polietileno y al menos un elemento de revestimiento de material no tejido.

- 60 Se han descubierto las siguientes ventajas de las composiciones de adhesivo fundido en caliente formuladas según la presente invención:

ES 2 310 813 T3

mejora del color inicial y tras termocurado;

mayor resistencia a los cambios de viscosidad;

propiedades frente a la fricción mejoradas en la adhesión de fibra elástica, y

buena pulverización, incluso a altas viscosidades.

Los siguientes ejemplos son para ilustrar la presente invención.

Ejemplos

El contenido en poliestireno se determinó con RMN-¹H.

La viscosidad del fundido en caliente se midió con un viscosímetro rotacional según el protocolo ASTM D-3236-78. La viscosidad se midió según el torque requerido para hacer girar a velocidad constante un eje sumergido en un fluido. La muestra se colocó en un RVTDV-II equipado con una Brookfield Thermocell y la viscosidad del fundido en caliente se midió en un intervalo de temperatura comprendida entre 110°C y 160°C. Los resultados se expresaron en Pascal.segundo (Pas).

Síntesis de los copolímeros en bloque A a D

El ciclohexano, el estireno, butadieno y el isopreno se purificaron con óxido de aluminio activado y se guardaron a 4°C en una atmósfera de nitrógeno. Antes de la síntesis, se preparó una mezcla de monómeros de butadieno e isopreno (en la proporción peso/peso indicada en la tabla 1) y se guardó en nitrógeno a 4°C. Esta mezcla se usó como tal.

Se cargó un autoclave equipado con un agitador de hélice con ciclohexano y el contenido se calentó de 50 a 60°C. Como iniciador, se agregó sec-BuLi e inmediatamente después monómero de estireno, y se dejó finalizar la polimerización. La temperatura de reacción se incrementó hasta 70°C, temperatura en la que se añadió la mezcla de monómeros de butadieno/isopreno (B/I) a la reacción. El dibloque resultante se acopló con un agente de acoplamiento adicionado a una estequiometría típicamente inferior a 0,5 mol por mol extremos de cadena de litio de polímero activo. Este exceso se depuró opcionalmente con sec-BuLi y después se agregó etanol para finalizar la polimerización. La mezcla de reacción se enfrió a 40°C, se transportó hasta un vaso de mezclado y se agregó un paquete de estabilización (que contenía IRGANOX 565 y ERGANOX 168 a razón de 0,08/0,35 phr; como disolución de ciclohexano) y se agitó a temperatura ambiente. El caucho seco se obtuvo mediante un acabado por coagulación al vapor, y a continuación un secado en el horno.

La tabla 1 indica las cantidades usadas de los componentes (a) y (b). Los polímeros se analizaron por GPC y los resultados se incluyeron en la tabla 2.

Los polímeros A, B y C se acoplaron con GTPS (3-GLICI-DOXIPROPIL)TRIMETOXISILANO) y tienen una ramificación media de 3,2 brazos. El polímero D se acopló con EPON^R 826 y tiene una estructura lineal.

Estos polímeros se pueden polimerizar también con la tecnología secuencial y de reiniciación descrita anteriormente.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 310 813 T3

TABLA 1

Polímero	A	B)*	C*	D
Ciclohexano (1)	262,4	320,8	320,8	77
Iniciador (mmol)	680,0	998,7	998,7	20,5
Estireno (gramo)	9100	15230	15230	638
B/I (proporción)	60/40	1	1	1
B/I (gramo)	21000	35220	35220	1490
EPON 826 (gramo)				0,24
GPTS (gramo)	40,2	38,25 agregados a 126,4 kg de	23,98 agregados a 120,7 kg de cemento	
Proporción GPTS/Li	0,25	0,29	0,23	
*Los polímeros B y C se fabricaron a partir de una mezcla maestra de dibloque, después se separaron para fabricar polímeros radiales con diferentes eficiencias de acoplamiento.				

TABLA 2

Polímero	A	B	C	D
GPC Mp				
Poliestireno* 10 ³	13,3	15,0	15,4	14,8
GPC Mp *10 ³	152,7	200,3	190,1	134
Eficiencia de acoplamiento				
%	75	78	66	81
Contenido en poliestireno				
% en peso	29,3	29,4	29,4	31
Proporción Bd/lp p/p	60/40	50/50	50/50	50/50
Vinilo en Bd % en peso	10	9	9	9
Vinilo en lp % en peso	6	6	6	6

Otros componentes empleados en las composiciones de adhesivo son:

VECTOR® 4211 de DEXCO es un copolímero en bloque de estireno-isopreno-estireno lineal con un 30% de contenido en poliestireno, una velocidad de fluido de 13 g/10 min y no tiene virtualmente contenido en dibloques ya que el polímero se realizó secuencialmente.

En los ejemplos de la invención se usaron varios fijadores. ESCOREZ 5600 es una resina de hidrocarburos de EXXON MOBIL CHEMICAL. ESCOREZ 5400 es una resina de hidrocarburos de EXXON MOBIL CHEMICAL. CALSOL 5555 es un aceite nafténico de CALUMET LUBRICANTS. ENDEX 160 es una resina compatible con bloque de estireno de EASTMAN CHEMICAL. IRGANOX 1010 es un antioxidante de CIBA.

ES 2 310 813 T3

Las siguientes composiciones de adhesivo fundido en caliente, que comprenden los siguientes ingredientes han sido compuestas e incluidas en la siguiente tabla 3 y 5. Además, los resultados de las pruebas basadas en estas formulaciones se presentan en las tablas 3 a 5.

TABLA 3

Viscosidad y resistencia a despegarse para las formulaciones de adhesivo fundido en caliente

	F1	F2	F3	F4	Referencia*
Polímero D lineal	20				
Polímero A		20			
Polímero B			20		
Polímero C				20	
ESCOREZ 5600	56,5	56,5	56,5	56,5	
CALSOL 5550	23	23	23	23	
IRGANOX 1010	0,5	0,5	0,5	0,5	
Viscosidad @ 149 °C (300°F) (cps)	1480	3000	4790	510	2960
Pico de despegado en espiral	249	293	246	285	259
Media de despegado (gramos)	148	154	121	136	134
*Formulación de referencia					

Polímero 20 phr SB (Dexco VECTOR® 4211)

55,6 phr ESCOREZ 5400

9 phr ENDEX 160

15 Aceite

0,4 IRGANOX 1010

Para analizar la estabilidad térmica, se colocaron 300 gramos de cada adhesivo en una jarra de vidrio y se acondicionó a 149°C (300°F) durante 96 horas. A intervalos de 24 horas, se eliminaron 10,5 gramos de cada uno y se comprobó el color Gardner y la viscosidad Brookfield a 149°C (300°F).

TABLA 4

Datos de estabilidad térmica

	F1	F2	F3	F4	Referencia
Viscosidad inicial @ 149 °C (300°F) (cps)	1480	3000	4790	5710	2960
24 horas	1390	2520	4140	4940	2475
48 horas	1160	1970	3170	4210	1660
72 horas	985	1580	2810	3010	1130
96 horas	910	1410	2150	2570	970
% de cambio	-38	-53	-55	-55	-67
Color Gardner inicial	2	1	1	1	3

ES 2 310 813 T3

TABLA 4 (continuación)

	F1	F2	F3	F4	Referencia
48 horas	4	3	2	2	4
72 horas	5	4	2	3	5
96 horas	6	5	3+	4+	5

Para analizar la fijación elástica, se prepararon unos lotes de 2000 gramos de cada adhesivo en un mezclador de cuchilla y cizalla de Sigma ajustado a 163°C (325°F). Después, los adhesivos se traspasaron a un horno de fusión a 149°C (300°F) y se aplicaron con un sistema de pulverización en espiral Nordson sobre tres tiras de hilo de licra usando el procedimiento descrito en la patente de EE.UU. de Werenicz N.º 4.842.666. Después de equilibrar a temperatura ambiente, las laminaciones se estiraron hasta un 95% de su extensión total y se sujetaron a un trozo de cartón rígido. Entonces, se cortaron los extremos del elástico a lo largo de la película de polietileno y el tablero de prueba se colocó en un incubador a 38°C (100°F). Después de un periodo de cuatro horas, se retiró el tablero de prueba y se calculó la fricción porcentual calculada con la fórmula: Longitud inicial menos longitud final dividido por la longitud inicial 100 veces.

TABLA 5

Datos de viscosidad de la fijación elástica y fricción porcentual

	F1	F2	F3	F4	Comparación*
Polímero D lineal	23				
Polímero A		23			
Polímero B			23		
Polímero C				23	
ESOREZ 5400	56,5	56,5	56,5	56,5	
CALSOL 5550	13	13	13	13	
ENDEX 160	7	7	7	7	
IRGANOX 1010	0,5	0,5	0,5	0,5	
Viscosidad Brookfield @ 149 °C (300 °F) (cps)	4940	9350	13900	13900	5725
Fricción porcentual	16,8	13,3	11,6	13	12,3
LYCRA XA-940 (% de estiramiento)	300	300	300	300	300
*Formulación de comparación					

Polímero 20 phr SIS (Dexco VECTOR 4211)

55,6 phr ESCOREZ 5400

9 phr ENDEX 160

15 aceite

0,4 IRGANOX 1010

ES 2 310 813 T3

Si se compara con la comparación de polímero radial SIS, tanto los polímeros en semibloque mixtos lineales y radiales de la presente invención presentaron una resistencia excelente a la degradación de la viscosidad. Los polímeros radiales mostraron una estabilidad del color superior, que es una propiedad importante en la fabricación de artículos de material no tejido. Para las fijaciones elásticas con LYCRA XA-940, los polímeros radiales A-C presentaron unas propiedades de fricción superiores en comparación con las versiones lineales. Un resultado inesperado fue que incluso con una viscosidad muy alta, los polímeros en semibloque mixtos radiales podían pulverizarse perfectamente. Se trata de una característica importante de los polímeros en semibloque mixtos radiales que permite un mayor abanico de formulaciones.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Composición de adhesivo fundido en caliente usada en montajes de material no tejido, que comprende (a) 100 partes en peso de un copolímero en bloque de fórmula $[S-(I/B)]_n X$, en la que S representa predominantemente un bloque poli(estireno) e (I/B) representa un bloque de polímero obtenido por copolimerización aleatoria de una mezcla predominantemente de isopreno y butadieno en una proporción de peso comprendida entre 70:30 y 30:70, en la que n es un número entero comprendido entre 3 y 5, y en la que X es el residuo de un agente de acoplamiento, en el que el copolímero en bloque tiene un contenido en poli(estireno) comprendido entre el 28% y el 50% en peso, una eficiencia de acoplamiento comprendida entre el 50 y el 100%, y un índice de fluidez medido a 200°C/5 kg, comprendido entre 1,0 y 12 g/10 min,

(b) de 250 a 300 partes en peso de una resina fijadora,

(c) de 50 a 150 partes en peso de un agente plastificante, y

(d) de 0 a 3 partes en peso de uno o más estabilizantes y/o antioxidantes.

2. Composición de adhesivo según la reivindicación 1, en la que el bloque (I/B) se ha obtenido por polimerización aleatoria de una mezcla de butadieno e isopreno en una proporción de peso comprendido entre 60:40 y 40:60, preferentemente entre 55:45 y 45:55.

3. Composición de adhesivo según la reivindicación 1 o 2, en la que el bloque (I/B) tiene un contenido en vinilo en el butadieno polimerizado comprendido entre el 7 y el 12% en peso, preferentemente comprendido entre el 7 y el 9% en peso, y un contenido en vinilo en el isopreno polimerizado comprendido entre el 4 y el 8% en peso, preferentemente entre el 4 y el 6% en peso.

4. Composición de adhesivo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el copolímero en bloque S-(I/B)-S tiene un contenido en poliestireno comprendido entre el 28 y el 35% en peso.

5. Composición de adhesivo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que comprende entre 250 y 280 partes en peso de la resina de hidrocarburo por 100 partes en peso del copolímero en bloque.

6. Artículo desechable seleccionado entre el grupo formado por pañales de niños y adultos o compresas, compresas de incontinencia, cojines para cama, compresas íntimas, protectores de bragas que comprenden al menos un elemento de material no tejido y montado usando la composición de adhesivo fundido en caliente de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.

7. Copolímero en bloque de fórmula $[S-(I/B)]_n X$, en la que S representa predominantemente un bloque poli(estireno) e (I/B) representa un bloque de polímero obtenido por copolimerización aleatoria de una mezcla predominantemente de isopreno y butadieno en una proporción de peso comprendida entre 60:40 y 40:60, en la que n es un número entero comprendido entre 3 y 5, y en la que X es el residuo de un agente de adherencia, en el que el copolímero en bloque tiene un índice de fluidez medido a 200°C/5 kg, comprendido entre 1,0 y 12 g/10 min, y un contenido en poli(estireno) comprendido entre el 28 y el 50% en peso y una eficiencia de acoplamiento comprendido entre el 50 y el 100%.

8. Copolímero en bloque según la reivindicación 7, en el que los bloques S se obtienen sustancialmente a partir de estireno puro.

9. Copolímero en bloque según la reivindicación 7 u 8, en el que el bloque (I/B) tiene un contenido en vinilo en el butadieno polimerizado comprendido entre el 7 y el 12% en peso, preferentemente comprendido entre el 7 y el 9% en peso, y un contenido en vinilo en el isopreno polimerizado comprendido entre el 4 y el 8% en peso, preferentemente comprendido entre el 4 y el 6% en peso.

10. Copolímero en bloque según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en el que el copolímero en bloque $[S-(I/B)]_n X$ tiene una eficiencia de acoplamiento comprendida entre el 50 y el 85% y una eficiencia de acoplamiento comprendida entre el 50 y el 85%.