

306270



1er CERTIFICADO DE ADICION.
=====

I.C.I. Case No.P. 17153.

306270

Memoria Descriptiva
sobre

"Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal nº 274.427 concedida el 17 de abril de 1962, por "Procedimiento de cierre térmico de películas de polímeros o copolímeros de olefinas".

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
residente en: Imperial Chemical House, Millbank, LONDRES,
Inglaterra.

Este invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de películas susceptibles de admitir el cierre térmico, revestidas, autosustentadas, de polímeros olefínicos, y a las películas así obtenidas.

5.


306270²



- Por la denominación "polímeros olefínicos, se indican polímeros y copolímeros de etileno, incluyendo politenos de densidades baja, intermedia y elevada, y los polímeros y copolímeros cristalizables de alfa-olefinas que tengan por lo menos 3 y con preferencia de 3 a 6 átomos de carbono en la molécula, especialmente polímeros y copolímeros de propileno y buteno-1, cuando el propileno o polibuteno-1 es, por lo menos, el 75 % insoluble en n-heptano hirviendo por ejemplo, poli
- 5.
10. propileno isotáctico, o polibuteno-1 isotáctico.

- Un objeto de este invento es proporcionar un procedimiento para aplicar capas susceptibles de admitir el cierre térmico, de suspensión acuosa, a películas auto-sustentadoras de polímeros olefínicos, por cuyo medio las películas revestidas retienen un alto grado de resistencia a la exfoliación y un cierre térmico muy resistente, después de exponerse a condiciones húmedas. Otros objetos se harán evidentes a continuación.
- 15.

- Este invento consiste en un procedimiento para la producción de películas de polímeros olefínicos, revestidas, susceptibles de cerrarse térmicamente, en las que la película sin revestir se somete a un tratamiento detallado a continuación, para mejorar las propiedades de trabazón de su superficie, después de lo cual se aplica a dicha película una capa de un producto de condensación de melamina, formaldehído y un alcohol monohídrico, susceptible de curarse por el calor, insoluble en agua, mediante revestimiento con solución y evaporación del disolvente; la película se cubre nuevamente con una dispersión acuosa de un polímero de re-
- 20.
- 25.
- 30.

30627020 

vestimiento que permita el cierre térmico, que luego se seca sobre la película y se calienta para curar o vulcanizar el producto de condensación a fin de que se una adhesivamente a la capa susceptible de cierre térmico, y a la película de base.

5.

El tratamiento por medio del cual se mejoran las propiedades de trabazón de la película, es un tratamiento químico o físico que da por resultado la oxidación de la superficie de la película; por ejemplo,

10.

tratamiento con ácido crómico en ácido sulfúrico, o con ácido nítrico caliente; exposición de la superficie al ozono, por ejemplo, mientras se encuentra a una temperatura superior a 100°C; exposición de la superficie a esfuerzos eléctricos a tensión elevada acompañados por descargas en corona (este tratamiento se describe en la Memoria de la Patente británica nº 715.914);

15.

exposición de la superficie a irradiación ionizante, tal como ultra-violeta, X, γ , o β - especialmente a temperaturas superiores a 100°C para que la superficie de la película se oxide; y exposición de la superficie a una llama, durante un período suficiente para dar lugar a la oxidación superficial, pero no tan prolongado que ocasione la distorsión de su superficie. El tratamiento preferido, por su eficacia y sencillez, es el

20.

de esfuerzos eléctricos a tensión elevada acompañados por descargas en corona.

25.

Cuando se utiliza la descarga en corona, mediante el empleo de condiciones óptimas (ó sea, ajustando la frecuencia y la tensión de la descarga y el tiempo de paso de la película a través de los electro-

30.



dos para obtener el efecto óptimo), pueden obtenerse ángulos de contacto entre el agua y la película tratada, de hasta 50° solamente. El ángulo de contacto y la adhesividad, son inversamente proporcionales; en general, 5. cuanto menor es el ángulo de contacto, tanto mayor es la adhesividad. Es óptimo un ángulo de contacto de 65 a 75°.

Los alcoholes monohídricos preferidos para usarse en la preparación del producto eterificado de condensación, son los alcanoles C₃ a C₆, aunque son también satisfactorios otros alcanoles inferiores. Si se desea, en la preparación del producto de condensación in soluble en agua, de este invento, la melamina puede hacerse reaccionar con formaldehído acuoso utilizando por lo menos 3, y con preferencia 6 como mínimo, moles de formaldehído por mol de melamina en presencia del alcohol monohídrico. Como variante, la melamina y el formaldehído pueden hacerse reaccionar entre sí, para producir primero un producto de condensación soluble en 15. agua, térmicamente curable, que luego se hace reaccionar con el alcohol monohídrico. Este, con preferencia, se utiliza en una cantidad tal, y la reacción se prolonga un período de tiempo suficiente y a una temperatura adecuada, que se consigue el producto de condensación eterificado que acusa una tolerancia no inferior a 2 al 20. éter de petróleo. Por la expresión "tolerancia al éter de petróleo" se indica el volúmen (en cc) de éter de petróleo (punto de ebullición 100-120°C), que al añadirse a gotas con agitación continua a 1g de una solución de resina con el 50 % de sólidos en una mezcla 50:50 volúmen/volumen, butanol/xileno, hace que la solución se 25. 30.

306270²⁰ NOV. 1958



enturbie.

- El producto de condensación melamina-formal dehído esterificado, puede estar en solución en cualquier disolvente adecuado, por ejemplo, en una solución alcohol-agua, una solución en alcohol directamente, ó en un hidrocarburo aromático, tal como xileno, o una mezcla de dichos disolventes, como convenga. Puede contener, útilmente, un plastificador, para mejorar la flexibilidad de la capa de aquel obtenida.
- 5.
10. Cuando la solubilidad en agua de la capa de fijación se cita en esta Memoria, se hace referencia a su solubilidad en agua, después de eliminar el disolvente. Se prefiere secar la solución del producto de condensación en condiciones de temperatura tales que se realice algo de curado o vulcanización, pero no llegue a su totalidad, ya que así se mejora el aspecto de la capa de polímero susceptible de cierre térmico, una vez aplicada. La solubilidad de la capa en agua, antes de eliminar el disolvente, puede sin embargo ser completamente distinta de la acusada después de dicha eliminación. Se prefiere terminar prácticamente por completo el curado del producto de condensación, durante el secado de la capa térmicamente cerrable. Para ello, el caldeo puede realizarse a una temperatura de 100°C ó superior, por ejemplo, a 130°C, pero esta temperatura no ha de ser superior al punto de fusión de la película de base y no ha de ser tan elevada que se aprecie una amortiguación en la resistencia del cierre térmico.
- 15.
- 20.
- 25.
30. Para favorecer el curado de los productos de condensación, pueden usarse catalizadores ácidos. Se pre



- fieren los ácidos enérgicos no-volátiles, especialmente el sulfúrico. El catalizador ácido puede introducirse en el producto de condensación antes de aplicarlo a la película, ó puede dejarse difundir en la capa
5. de producto de condensación desde la dispersión del revestimiento térmicamente cerrable, cuando se aplica. En general, se utilizará caldeo suficiente para obtener una cubierta final de buen aspecto, y las condiciones de secado de la capa de sujeción o térmicamente cerrable,
10. ble, no deben ser tan enérgicas que den por resultado un descenso en la resistencia del cierre térmico. Desde luego, los períodos y las temperaturas óptimos de caldeo utilizados, dependerán de las composiciones de las capas, por ejemplo, la concentración del ácido de la
15. capa de sujeción, que puede determinarse fácilmente por experimentos. En general, la temperatura de secado de la capa de sujeción sobre la primera cara revestida, será inferior a la usada para el segundo lado cubierto, ya que existe una tendencia de las propiedades de traba
20. zón de la superficie previamente tratada (por ejemplo mediante descargas en corona), a menoscabarse si se somete a una temperatura demasiado elevada antes de recibir su capa de fijación. Se ha comprobado que usando temperaturas de secado de la capa de sujeción, de unos 70 a
25. 80°C para la primera cara revestida, y de 110 a 120°C aproximadamente para el segundo costado, y realizando continuamente durante períodos de secado comercialmente aceptables, de pocos segundos, las soluciones de resinas de melamina formaldehído butiladas que contengan 2,25 %
30. de ácido sulfúrico, con respecto al peso de la resina,

306270



pueden aplicarse a velocidades de hasta alrededor de 45,75 a 61 m/minuto. Sin embargo, cuando el contenido de ácido sulfúrico se reduce a 1,75 %, la velocidad máxima que puede usarse sin peligro es de unos 38,125 m/minuto; en caso contrario, aumenta indeseablemente el peligro de deteriorar el aspecto de la película o de reducir la adherencia de la capa, en alto grado.

5.

Si la película se ha orientado y se contrae a una temperatura a la que las capas se secan, se disponen medios, con preferencia, para evitar tales contracciones, por ejemplo, el secado y el caldeo pueden realizarse en un dispositivo susceptible de sujetar los bordes de la película mientras se transporte longitudinalmente, por ejemplo en un estricador. Entonces es conveniente termofijar una película orientada al mismo tiempo, aplicando el método de este invento a películas que se hayan orientado sin termofijarse.

10.

15.

La efectividad de la capa de sujeción, varía con el espesor; si la capa es demasiado delgada, la adherencia es reducida y, si es demasiado gruesa, solo es más cara; además, las capas más delgadas pueden aplicarse a películas de base de superficie más intensamente tratada (por ejemplo, tratada para obtener menores ángulos de contacto) con efecto análogo. Por conveniencia y facilidad de trabajo así como por economía en el revestimiento, el espesor de éste, normalmente, no es superior a unos $2,5 \text{ g/m}^2$ de película base, y con preferencia, está comprendido entre $0,15$ y $0,30 \text{ g/m}^2$.

20.

25.

30.

Por polímero de revestimiento susceptible de térmico, se indica cualquier polímero o copolímero que



permita que la película a la que se aplica se cierre térmicamente empleando equipo normal para esta operación (ver H.P. Zade "Cierre térmico y Soldadura de Plásticos con frecuencia elevada", Templo Press, Londres, 1959).

5.

Por proporcionar las capas más duras y las mejores resistencias en los cierres térmicos, y a causa de su resistencia a la humedad y su reducida permeabilidad al gas, las capas susceptibles de cerrarse por

10.

calor, especialmente preferidas, son las copolímeros de cloruro de vinilideno y acrilonitrilo. Se prefiere en especial utilizar estos copolímeros con un contenido de entre 80 y 95 % en peso de cloruro de vinilideno y hasta un 20 % de acrilonitrilo solos o mezclados con

15.

otros monómeros, tales como ácido itacónico y ácido metacrílico.

20.

Otros revestimientos polímeros que pueden aplicarse en forma de dispersiones, son: acetato de polivinilo, acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado, copolímeros de butadieno/acrilonitrilo, copolímeros de butadieno/estireno, copolímeros de butadieno/metacrilato de metilo, copolímeros de butadieno/metacrilato de metilo/ácido metacrílico, copoliésteres de ácido tereftálico y otro ácido dicarboxílico, tal como ácido

25.

sebácico con un glicol; copolímeros de cloruro de vinilideno y cloruro de vinilo, ó acrilato de metilo, ó acrilato de butilo, ó acrilato de octilo; copolímeros de acetato de vinilo con cloruro de vinilo; copolímeros de acetato de vinilo con etileno, y copolímeros de

30.

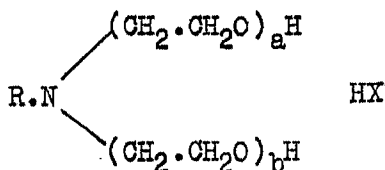
cloruro de vinilo con etileno.



El polímero de revestimiento susceptible de cerrarse térmicamente, puede obtenerse en dispersión acuosa moliéndolo y dispersándolo en agua, utilizando un agente emulsionador adecuado. Se prefiere sin em-

- 5. bargo preparar estas dispersiones polimerizando los componentes monómeros del polímero de revestimiento, cerrable por el calor, en emulsión acuosa utilizando un agente emulsionador para mantener el polímero preparado en estado disperso. Se prefiere especialmente emplear
- 10. un agente emulsionador que comunique buenas propiedades antiestáticas a la película revestida. Si se desea puede añadirse un agente antiestático a la dispersión del polímero de revestimiento, térmicamente cerrable, por ejemplo, un agente emulsionador aniónico o catiónico.

15. Entre los agentes catiónicos preferidos, de superficie activa, figuran las sales de amina y fosfonio, especialmente sales con ácidos enérgicos. Los agentes catiónicos de superficie activa especialmente útiles, son (a) compuestos de la fórmula:

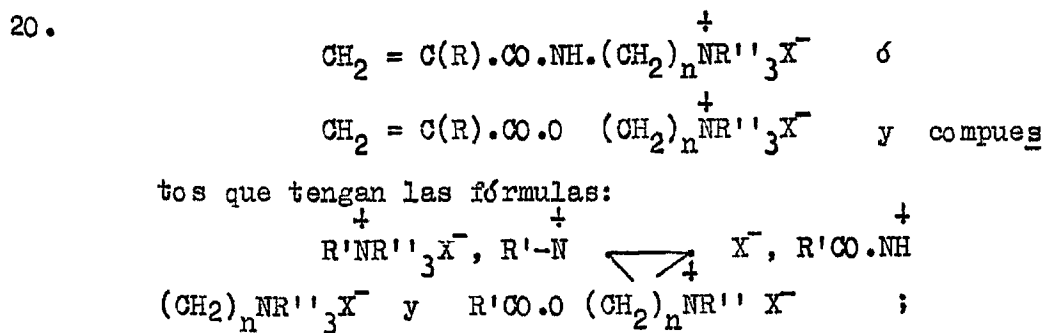


- 25. en la que la suma de a y b tiene un valor de 2 a 5 inclusive, R es un grupo alquilo que contiene de 12 a 22 átomos de carbono inclusive, y X es un radical ácido tal como Cl; y (b) compuestos en los que un residuo amonio cuaternario o fosfonio está acoplado a por lo menos
- 30. una cadena de átomos de carbono que pueden no estar sa-



- turados y que puede contener átomos distintos del carbono, en la cadena o substituidos en ella, por ejemplo, átomos de oxígeno o de nitrógeno. Esta cadena, normalmente, contiene, por lo menos, 8 átomos de carbono y si
5. una cadena alquílica, por conveniencia el grupo alquilo se deriva de un ácido o alcohol grasos. La cadena puede ser un condensado de formaldehído o de un óxido de alquileo o glicol, por ejemplo, óxido de etileno o de propileno. La cadena puede también ser un residuo polí-
10. mero al que estén acoplados uno o más residuos amonio cuaternario o fosfonio. Entre los agentes catiónicos de superficie activa han de incluirse sales internas tales como betainas que tengan una cadena como antes se define, acoplada al núcleo betaina.

15. Son ejemplos de grupos específicos de compuestos altamente eficaces como agentes antiestáticos en los revestimientos térmicamente cerrables, los polímeros de un derivado de ácido acrílico en el que el monómero tenga la fórmula:



25. en la que R es hidrógeno o metilo; R' es una cadena larga como se ha definido anteriormente y, con preferencia es un residuo alquilo normal o alquilo, C₁₀ a C₂₄, por ejemplo, palmitilo, cetilo, estearilo, ú oleilo, ó
30. un condensado de óxido de etileno con entre 5 y 40 resi

306270



duos de óxido de etileno en la cadena, R' es un residuo alkilo o alkenilo que puede estar sustituido con grupos hidroxilo o arilo, o puede ser una cadena larga como se indica para R'; $n = 1$ a 10, y X⁻ es un anión.

5. Se ha comprobado que son especialmente útiles los compuestos en los que $n = 3$.

- Las dispersiones de revestimientos susceptibles de cerrarse térmicamente, pueden contener aditivos distintos de los agentes antiestáticos, por ejemplo, antioxidantes, tintes, pigmentos, lubricantes, agentes anti-bloque y estabilizadores para luz ultravioleta. Resulta especialmente útil añadir agentes anti-deslizantes, que se agrupan en dos clases (a) sólidos porfirizados insolubles en la capa de cierre térmico, por ejemplo, almidón, talco, óxido de zinc, carbonato cálcico, carbonato magnésico, tierra de diatomeas, tal como "Siperfloss", sílice, Kaolin, dióxido de titanio, tetraóxido triférrico y otros óxidos, carbonatos, silicatos, aluminatos y aluminosilicatos inorgánicos y polímeros finamente dispersados tales como polipropileno y cloruro de polivinilo; el tamaño de las partículas del agente antideslizante es, normalmente, del orden de 0,1 a 20 micrones y con preferencia, para mejor efecto, del orden de 0,2 a 5 micrones; (b) aditivos céreos tales como las amidas de ácidos grasos insaturados, las amidas de ácidos grasos saturados, tales como palmitamida, estearamida, diestearamida, y alquilonodiestearamidas, tales como metileno y etileno diestearamidas; amidas de ácidos grasos hidroxilados, tales como hidroxil estearamida, aceite de ricino hidrogenado,
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

306270



ceras tipo ester y otras ceras duras.

Las películas revestidas usadas en este invento pueden ser sin orientar o pueden orientarse en una o en ambas direcciones en el plano de aquellas y, si se orientan en ambas direcciones, la orientación puede ser igual en éstas, o desigual, con el mayor grado de orientación en una dirección preferida (corrientemente la dirección longitudinal). Las películas orientadas pueden termofijarse antes o después del tratamiento de revestimiento.

Las películas de este invento, orientadas o no en una o en ambas direcciones por estiraje, pueden usarse para la mayoría de las aplicaciones que se han destinado las películas de politeno, ester de celulosa o tereftalato de polietileno, en espesores comprendidos entre 0,00635 mm. y 0,25 mm. Por ejemplo pueden usarse como películas para embalaje (orientadas o no) en los embalajes finales, preparación de paquetes, laminación, para bultos que hayan de transformarse en balas, y para tacos de cierres de botellas. Más específicamente, las películas pueden usarse para embalaje general de viveres, especialmente los grasos, polvos de jabón, cigarros, cigarrillos, tabaco para pipa, cemento, textiles, piezas de máquinas engrasadas y sin tratar, ferretería, regalos, etc., embalaje de artículos a esterilizar, tales como medicamentos, productos farmacéuticos, aparatos, productos químicos, gasas, vendas y similares y para el embalaje de viveres que hayan de calentarse en el embalaje, y almacenarse.

Otras aplicaciones incluyen los usos eléctricos



cos, como base para tiras magnéticas, o sea cintas de sonidos y video, para empleo en general en calculadoras, tiras adhesivas y cintas para máquinas de escribir.

5. Los ejemplos siguientes aclaran, pero sin limitarlo en ningún modo el invento que se describe.

EJEMPLO 1 -

10. Una película de polipropileno isotáctico (no más del 5 % de solubilidad en n-eptano hirviendo) que se había estirado 7 veces en dirección longitudinal y 7 veces en dirección lateral para orientarla biaxilm_ente y luego se había termofijado a 130°C durante aproximadamente 6 segundos, se sometió a un tratamiento de descarga en corona, que redujo su ángulo de contacto con agua, desde unos 90° a 70° aproximadamente. La película tenía 0,127 mm. de espesor.

20. El tratamiento mediante descarga en corona se aplicó haciendo pasar la película de polipropileno sobre un rodillo de 8" cubierto con una película de tereftalato de polietileno ó "Melinex" de 0,605 mm. de espesor, dieléctrica, a una velocidad de 6,056 mm/minuto. A la película se le aplicó una descarga en corona, en el aire a 15.000 voltios y 2400 períodos/segundo, desde tres electrodos paralelos de 0,914 m. de longitud, a lo largo de los rodillos. Este tratamiento se aplicó a las dos caras de la película.

25. La película de polipropileno anterior, previamente tratada, se revistió por ambas caras mediante una máquina de revestimiento de rodillos de grabado, con una solución de un producto de condensación de
- 30.



melamina butilada/formaldehido preparado del modo siguiente.

5. Se mezcló formalina (solución acuosa al 36 % de formaldehido, con butanol y disolvente destilado de una operación anterior ajustando el pH a 5,5. La melamina se añadió a continuación en una cantidad tal que existirán 6 moles de formaldehido por mol de melamina, y 4,4 moles de botanol por mol de melamina. La mezcla se sometió a reflujo durante 1 hora, después de enfriar, se agregó una
10. pequeña cantidad de xileno para ayudar a la ulterior expulsión del agua. Luego se retiró agua durante un período de 2,25 horas, mientras se destilaba disolvente para eliminar una fracción equivalente a la adición inicial de destilado. Se añadió más xileno para ajustar el contenido de sólidos a 50 %.

15. El producto de condensación se caracterizaba por una tolerancia con respecto al éter de petróleo, como se ha definido, de 4. Tenía una viscosidad de 28 segundos medida por el método de la norma británica 1,733 utilizando una copa B.S./A 10, a 25°C.

20. La solución usada para el revestimiento contenía 20 % de sólidos y se preparó diluyendo el producto de condensación tal como se había preparado, con alcohol desnaturalizado industrial para dar una mezcla de 30:11:9 en volúmen, de alcohol desnaturalizado, butanol y xileno. Luego se añadió ácido sulfúrico para que se hallara presente en una cantidad de 2,25 % en peso de sólidos.

25. La capa aplicada a la primera cara se secó a 70°C durante aproximadamente 5 segundos y la aplicada a la segunda cara, a 115°C, durante 10 segundos aproximada
- 30.



mente. Cada capa pesaba $0,25 \text{ g/m}^2$ de superficie.

5. Simultáneamente se depósito una capa superior en cada cara de la película, por un distribuidor de rodillos, utilizando una dispersión acuosa de un copolímero cloruro de vinilideno/acrilonitrilo, (88/12 peso/peso) estabilizado por la sal de ácido clorhídrico de un producto de condensación de amina de sebo (1 mol) y óxido de etileno (2 moles), utilizando 4,7 % en peso de estabilizador de sólidos de resina. La dispersión contenía
10. 33 % de sólidos de copolímero y, además, 5,25 % en peso con respecto a los sólidos de copolímeros de partículas de tamaño coloidal de cloruro de polivinilo, con objeto de mejorar las propiedades de deslizamiento de la capa. La capa superior se secó por caldeo en un horno durante
15. unos 8 segundos a 120°C . Su espesor en cada cara era de $177,8 \times 10^{-5} \text{ mm}$.

- La película revestida se arrolló en forma de bobina y se ensayaron como a continuación se indica, las resistencias al cierre y la adherencia de la capa para
20. los revestimientos interior y exterior de la película arrollada, indicada por "IN" y "OUT" respectivamente los cierres térmicos se realizaron a $130^\circ\text{C}/0,35 \text{ kg/cm}^2$ durante 2 segundos, con un cerrador térmico de barra de 21,4 mm. de ancho. Las resistencias del cierre térmico
25. (HSS) indicadas en gramos/mm se midieron por desprendimiento de las películas cerradas, con objeto de romper el cierre. Los valores de adherencia de la capa (indicados en g/mm), corresponden a las cargas necesarias para continuar el arranque de una tira de un milímetro de re-
30. vestimiento, desde su base.

306270



	Propiedades tal como se prepara.		Propiedades después de 66 horas a 38°C, 90 % de humedad relativa.		Propiedades después de 114 horas a 38°C 90 % de humedad relativa.	
	HSS IN/OUT	Adherencia de la capa IN/OUT	HSS IN/OUT	Adherencia de la capa. IN/OUT	HSS IN/OUT	Adherencia de la capa. IN/OUT
Ejemplo.	190/210	80/130	190/170	100/135	135/205	75/130
Control.	175/300	110/125	150/155	50/50	-	20/20

El experimento con el control, empleaba un producto de condensación de urea-formaldehído-butanol catalizado con ácido, en lugar del producto de condensación, catalizado con ácido, de este invento, y se secó a 70°C durante unos 5 segundos (primera cara) y a 95°C durante unos 10 segundos (segunda cara). La cubierta de la tex se secó a 120°C durante unos 8 segundos. El plastificador utilizado en la composición urea-formaldehído-butanol, era una resina alquídica vendida con el nombre de Paralac 285 X. Las razones para emplear este plastificador y las condiciones de secado indicadas, en el experimento con el control, fueron tales que se pudiera emplear el producto de condensación urea-formaldehído-butanol, en las condiciones más favorables para su uso.

La velocidad de revestimiento con los productos de condensación tanto en el experimento del Ejemplo como del control, fué de 45,720 m/minuto. Se comprobó que al aumentar esta velocidad hasta unos 60,960 m/minuto,, manteniendo las demás condiciones iguales, la película

306270



revestida de este invento permanecía satisfactoria desde los puntos de vista del aspecto y de la adherencia, mientras que la película revestida en el experimento del control, se deterioró en tal grado en ambos aspectos, que resultó inútil para la explotación comercial.

5.

EJEMPLO 2.-

Una película tratada por descarga en corona exactamente igual a la del Ejemplo 1, excepto que la descarga se aplicó a un lado solamente, se revistió en el lado tratado, con una composición del 20 % de sólidos de melamina formaldehído y butanol, preparada exactamente igual a la del Ejemplo 1, y que contenía 0,25 % en peso de ácido sulfúrico como en dicho ejemplo.

10.

15.

La capa se aplicó a una cara solamente de la película y se secó a 90°C durante 1 minuto aproximadamente. El peso del revestimiento era de 0,25 g/m² de superficie.

20.

25.

Luego se aplicó un revestimiento superior sobre la capa de sujeción utilizando una dispersión acuosa de copolímero de cloruro de vinilo/acetato de vinilo (que contenía 40 % de acetato de polivinilo) estabilizado por 2,5 % en peso, con respecto al peso, de sulfonato de sodio-tetradecilo. La capa superior se secó por caldeo en un horno durante aproximadamente 1 minuto a 110°C.

30.

Se obtuvo una capa con un peso de 3 g/m². Se logró un cierre térmico a 140°C y 0,35 kg/cm² durante 2 segundos con un cerrador térmico de barra, y la resistencia del cierre térmico era de 3810 g/mm. (medido del mismo modo indicado en el Ejemplo 1). Después de almacenar a 38°C y 90 % de humedad relativa, durante una semana, la resis



tencia del cierre térmico era todavía excelente.

EJEMPLO 3 -

Se preparó una solución de producto de condensación de melamina formaldehído, butilada, del mismo modo que se describe en el Ejemplo 1, pero utilizando 5 moles de formaldehído para cada mol de melamina, y 4 moles de butanol para cada mol de melamina. El PH se ajustó a 4,5. El producto de condensación tenía una tolerancia para el éter de petróleo, como se ha definido, de 26 y una viscosidad de 60 segundos medida por el método de la norma británica 1,733 utilizando a 25° una copa B.S./A 10. Se preparó una solución de revestimiento de este producto del mismo modo descrito en el Ejemplo 1, y se aplicó a una cara solamente de una película de polipropileno tratada mediante descarga en corona, exactamente igual a lo descrito en el Ejemplo 1, excepto que el tratamiento de descarga en corona se aplicó a una cara solamente. La capa se secó a 70°C durante 1 minuto y pesaba 0,25 g/m² de superficie.

Se aplicó y secó, por caldeo en un horno a 110°C durante 1 minuto, un revestimiento superior de copolímero cloruro de vinilo/acrilonitrilo, exactamente igual que se describe en el Ejemplo 1, - El peso de la capa superior era de 3 g/m². La resistencia del cierre térmico de los cierres realizados a 130° y 0,35 kg/cm², durante 2 segundos, era de 330 g/pulgada.

EJEMPLO 4.

Una solución de revestimiento que contenía 10% peso/volumen del producto de condensación butilado de melamina-formaldehído, obtenido como se describe en el Ejem



- plo 1, y 10 % de un plastificador que contenía glicerol
alkídico de aceite de cacahuet, disuelto en alcohol des-
naturalizado/butanol/xileno (30:11:9) se utilizó para re-
vestir una película de polipropileno tratada con descar-
5. ga de corona, exactamente igual que se describe en el
Ejemplo 1, . Las condiciones de la capa de fijación para
cada cara, y la composición y método de aplicación de la
capa superior, fueron exactamente las mismas que se des-
cribe en el Ejemplo 1.
10. La película revestida se arrollo sobre un rudi-
llo y se midieron la resistencia del cierre térmico y la
adherencia de la capa en los revestimientos interior y
exterior de la película arrollada. Los ensayos de las re-
sistencias de cierre térmico se realizaron a 130°C y 0,35
15. cm², durante 2 segundos mediante un cerrador térmico de
barra de una pulgada de ancho .
- Se obtuvo una resistencia del cierre térmico de
180 g/pulgada, para el revestimiento "interior", y una re-
sistencia del cierre térmico de 225 g/pulgada, para la ca-
20. pa "exterior" .

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del in-
vento, así como la manera de realizarlo en la práctica,
debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente
25. indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle
en cuanto no alteren su principio fundamental; también
se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud
de Patente presentada en Inglaterra con fecha 20 de noviem-
bre de 1963, nº 45797/63, acogiéndose, por lo tanto, a
30. los beneficios que conceden los Convenios Internacionales

306270




en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Inven-
ción por 20 años en España, sobre: "MEJORAS INTRODUCIDAS
EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL Nº 274.427= CONCEDI
5. DA EL 17 DE ABRIL DE 1962, POR "PROCEDIMIENTO DE CIERRE
TERMICO DE PELICULAS DE POLIMEROS O COPOLIMEROS DE CLEFI
NAS"; caracterizándose por lo siguiente:

1º.- Mejoras introducidas en el objeto de la
patente principal nº 274.427, concedida el 17 de abril de
10. 1962, por: "Procedimiento de cierre térmico de películas
de polímeros o copolímeros de olefinas", revestida y sus-
ceptibles de cierre térmico en la que la película sin re-
vestir se somete a un tratamiento como se ha indicado pa-
ra mejorar las propiedades de fijación de su superficie,
15. después de lo cual se aplica a la película una capa de un
producto de condensación susceptible de cerrarse térmica-
mente, insoluble en el agua, de melamina, formaldehído y
un alcohol monohídrico, por revestimiento mediante solu-
ción, y evaporación del disolvente; la película se cubre
20. a continuación nuevamente con una dispersión acuosa de un
polímero de revestimiento susceptible de cerrarse térmica-
mente, que se seca a continuación sobre la película y se
calienta para "curar el producto de condensación de tal
modo que se fija adhesivamente a la capa susceptible de
25. cerrarse térmicamente y a la película de base.

2º.- Mejoras, según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque el tratamiento para mejorar las pro-
piedades de fijación de la superficie de la película, es
un tratamiento por esfuerzos eléctricos de tensión eleva
30. da, acompañado por descargas en corona.

306270-20 NOV 1954



- 3º.- Mejoras, según la reivindicación 2ª, caracterizado porque la descarga en corona se realiza para dar un ángulo de contacto película a agua, de 65º a 75º.
5. 4º.- Mejoras, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el alcohol monohídrico es un alcohol que contiene menos de 7 átomos de carbono.
- 5º.- Mejoras, según reivindicación 4ª, caracterizado porque el alcohol que contiene por lo menos 3 átomos de carbono.
10. 6º.- Mejoras, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el alcohol monohídrico es butanol.
- 7º.- Mejoras, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el producto de condensación melamina, formaldehído y un alcohol monohídrico, se prepara haciendo reaccionar por lo menos 3 moles de formaldehído con cada mol de melamina, en presencia del alcohol monohídrico.
15. 8º.- Mejoras, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el producto de condensación de melamina, formaldehído y un alcohol monohídrico, se prepara haciendo reaccionar por lo menos 6 moles de formaldehído con cada mol de melamina, en presencia del alcohol monohídrico.
20. 9º.- Mejoras, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el producto de condensación de melamina, formaldehído y un alcohol monohídrico, se prepara haciendo reaccionar primero la melamina y formaldehído para obtener un producto de condensación soluble en agua y "curable" por el calor, y haciendo reac-
- 25.
- 30.

306270



ccionar luego dicho producto con el alcohol monohídrico.

5. 10ª.- Mejoras, según la reivindicación 8ª a 9ª en el que el producto de condensación de melamina, formaldehído y alcohol monohídrico, tiene una tolerancia para el éter de petróleo, como se ha definido, de 2 por lo menos.

10. 11ª.- Mejoras, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque antes de aplicar la capa de cierre térmico, la resina termo-fijable se "cura" parcial pero no totalmente.

12ª.- Mejoras, según cualquiera de las reivindicaciones, caracterizado porque la resina termofijable se estabiliza en presencia de un catalizador ácido.

15. 13ª.- Mejoras, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la resina termofijable contiene un plastificador.

20. 14ª.- Mejoras, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el polímero de revestimiento susceptible de cierre térmico, es un copolímero de cloruro de vinilideno y acrilonitrilo.

15ª.-Mejoras, según la reivindicación 14ª, caracterizado porque el copolímero contiene entre 80 y 95 % en peso de cloruro de vinilideno.

25. 16ª.-Mejoras, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el copolímero de revestimiento susceptible de cierre térmico se aplica en forma de emulsión acuosa utilizando como agente emulsificador un agente catiónico de superficie activa, para comunicar propiedades antiestáticas a la película.

30. 17ª.- Mejoras, según cualquiera de las reivin-



dicaciones anteriores, caracterizado porque la dispersión para el revestimiento de cierre térmico contiene aditivo distintos de los agentes catiónicos de superficie activa.

5. 18ª.- Mejoras, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la película de polímero olefínico se orienta en una o en ambas direcciones en el plano de la misma.

10. 19ª.- Mejoras, según la reivindicación 18ª, caracterizado porque la película se orienta biaxilmente con un grado prácticamente igual de orientación en cada dirección.

15. 20ª.- Mejoras, según la reivindicación 18ª ó 19ª, caracterizado porque la película orientada se estabiliza térmicamente antes o después del tratamiento de revestimiento.

20. 21.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 274.427, concedida el 17 de abril de 1962, por: "Procedimiento de cierre térmico de películas de polímeros ó copolímeros de olefinas"; tal y como se ha descrito sustancialmente en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de veintitrés hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

72 MAY 1963

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEROS Y MODES
S. A.