



361.373

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.G.
CLASE C 23
SUBCLASE C

PATENTE DE INVENCION

Que por veinte años se solicita a favor de CONTINENTAL CAN COMPA-
NY, Inc., de nacionalidad estadounidense, con domicilio en 633,
Third Avenue, Nueva York (Estados Unidos), y que ha de recaer
sobre " PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE LAMINAS METALICAS,
5 RECUBIERTAS DE UN COMPUESTO ADHERENTE APTAS PARA LA ELABORACION
DE ENVASES DESTINADOS A PRODUCTOS ALIMENTICIOS "

=====

Memoria Descriptiva

El registro de la Patente de Invención que se solicita
tiene por objeto garantizar la explotación exclusiva en todo el
10 territorio nacional y sus posesiones de un procedimiento para la
preparación de láminas metálicas recubiertas de un compuesto adhe-
rente aptas para la elaboración de envases destinados a productos
alimenticios, conforme se describe a continuación.



RESUMEN DE LA INVENCION

Un procedimiento para la preparación de un compuesto de recubrimiento de recipientes metálicos para alimentos, que puede aplicarse directamente a un sustrato metálico, partiendo de una dispersión en un disolvente orgánico volátil con (1) un compuesto de película de organosol consistente en (a) un homopolímero de cloruro de vinilo en grado de dispersión; (b) una resina de copolímero de cloruro de vinilo en grado de solución, y (c) un plastificador; - (2) un compuesto promotor de adhesión que consta de un éter de fenol metilol y una resina epoxídica de bajo peso molecular, y (3) un compuesto estabilizador térmico de una resina de triacina-ádehido y un triglicérido epoxidificado.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

1. Campo de la Invención.

La presente invención se refiere a la preparación de compuestos de recubrimiento y, mas particularmente, de un compuesto de recubrimiento destinado a ser usado como una capa protectora para recipientes metálicos.

2. Técnica Anterior.

La hojalata usada para la fabricación de recipientes lleva un recubrimiento orgánico, protector, cocido en el sustrato de la hojalata. Tales hojas metálicas recubiertas son elaboradas para obtener recipientes metálicos recubiertos.

Las operaciones a gran velocidad en la fabricación de recipientes partiendo de la hoja metálica previamente recubierta, imponen importantes cualidades a los recubrimientos orgánicos. Una cualidad particularmente importante es que el recubrimiento orgánico, ya curado, debe ser adecuadamente flexible para resistir la fractura bajo las operaciones mecánicas convencionales asociadas con el estampado o corte del cuerpo del recipiente y de las



partes de cierre de tapa hasta llegar a los recipientes ya recubiertos. El recubrimiento orgánico debe también ser adecuadamente flexible para resistir la fractura bajo las condiciones de calor y presión durante la fabricación del recipiente, así como en el envasado del comestible durante los procesos térmicos a los que el recipiente recubierto es sometido. La falta de resistencia a la fractura es un defecto común a muchos recubrimientos potencialmente útiles.

Hasta la fecha, se ha mantenido la práctica de emplear recubrimientos de organosol en el recubrimiento de recipientes metálicos. Generalmente, un organosol consta de resinas vinílicas tales como el cloruro de p-olivinilo, y un copolímero vinílico disperso en un disolvente adecuado, conteniendo un plastificante. Se ha experimentado dificultad porque los recubrimientos de organosol tienen, generalmente, una capacidad de adhesión inadecuada a las superficies metálicas desnudas.

Ha sido costumbre, al aplicar recubrimientos de organosol al metal, el aplicar primeramente una capa de imprimación a la superficie del metal para que pueda ser aplicado entonces, el organosol y hacerlo adherirse mediante cochura. Este procedimiento, que requiere dos operaciones de recubrimiento, es costoso y sería más ventajoso disponer de un compuesto de recubrimiento de organosol que pudiera ser aplicado a la superficie metálica sin la previa capa de imprimación.

COMPENDIO DE LA INVENCION

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un compuesto de recubrimiento que puede ser aplicado directamente a las superficies metálicas y es adecuadamente flexible para resistir la fractura bajo las operaciones mecánicas implicadas en la fabricación de un recipiente ya recubierto, partiendo de una hoja



5 metálica previamente revestida, comprendiendo el compuesto una
mezcla homogénea, dispersa en un disolvente orgánico volátil, de
(1) un componente que contiene (a) una resina homopolimérica de
cloruro de vinilo en grado de dispersión, (b) una resina copolimé
rica de cloruro de vinilo en grado de solución, y (c) un plastifi
cante; (2) una combinación de componentes, promotores de adhesión
de eter de fenol metilol y una resina epoxidica de bajo peso mole
cular; y (3) una combinación de componentes, para estabilización
térmica, de una resina triafina-aldehído y un triglicérido epoxidi
ficado.
10

Los compuestos de revestimiento de la presente invención
son aptos para ser extendidos directamente sobre metal en hojas
tal como acero sin estañar, y cocidos para dar una hoja recubier
ta que puede manipularse para convertirla en recipientes sin pér
dida de adhesión y con integridad de la película. Los recipientes
resultantes son capaces de resistir la elaboración a una tempera
tura de alrededor de 80°C sin deterioro de la película, tal como
falta de adhesión, resblandecimiento y decoloración.
15

MODOS DE EJECUCION PREFERIDOS.

20 El componente organosol del compuesto de recubrimiento
está presente en el orden de aproximadamente 60 % a aproximada
mente 90 %, al peso, de los constituyentes no volátiles del com
puesto de recubrimiento.

25 La resina homopolimérica de cloruro de vinilo en grado de
dispersión, útil en la preparación del componente organosol de
los compuestos de revestimiento, posee una viscosidad inherente
del orden de, aproximadamente, 1,20 a, aproximadamente, 1,35 me
didos en ciclohexanone a 30°C, de acuerdo con el método A.ASTH-D-
1.243 y constituye, aproximadamente, 50% a, aproximadamente, 75%
30 al peso de componente organosol del compuesto de revestimiento.



Ventajosamente, la resina homopolimérica de cloruro de vinilo tiene un tamaño de partícula entre 0,2 y 1,2 micrones. Es preferible un tamaño de partícula de 0,6 a 0,9 micrones.

5 Las resinas homopoliméricas de cloruro de vinilo en grado de dispersión son obtenibles en el comercio. Un ejemplo de tal resina comercial es la Bakelita QYNV, que es un producto de la Unión Carbide Plastics Company, que está compuesta de, aproximadamente, entre 98 y 99%, al peso, de cloruro de polivinilo y tiene una gravedad de, aproximadamente, 1,40 y una viscosidad inherente de, 10 aproximadamente, 1,27 a 1,33.

La solución de resina copolimérica de cloruro de vinilo contiene una cantidad mayor de cloruro de vinilo (es decir, por encima de alrededor de 60 %) y tiene una viscosidad inherente de alrededor de 0,33 a 0,56, y constituye entre alrededor del 10% 15 y alrededor del 25%, al peso, de los componentes del recubrimiento organosol.

Las resinas copoliméricas de cloruro de vinilo que puede emplearse ventajosamente en la presente invención, incluyen 20 copolímeros de cloruro de vinilo/acetato de vinilo, copolímeros de cloruro de vinilo/acetato de vinilo/anhidrido maléico, copolímeros de cloruro de vinilo/acetato de vinilo/ácido maléico, y copolímeros de cloruro de vinilo/acetato de vinilo/alcohol vinílico.

25 Las resinas copoliméricas de cloruro de vinilo en grado de solución pueden obtenerse en el comercio. Ejemplos ilustrativos de las resinas obtenibles comercialmente incluyen la Baquelita VMCH, un producto de la Union Carbide Plastics Company, compuesta de aproximadamente 86%, al peso, de cloruro de vinilo, aproximadamente 13%, al peso, de acetato de vinilo y aproximadamente 1%, al peso, de anhidrido maléico, con una viscosidad inherente de aproximadamente 0,50; la Bakelita VMCC, un producto de la 30



Union Carbide Plastics Company, compuesto de, aproximadamente, 83% al peso, de cloruro de vinilo, aproximadamente, 16%, al peso, de acetato de vinilo y, aproximadamente, de 1%, al peso, de ácido maléico, con una viscosidad inherente de, aproximadamente, 0,37;

5 la Bakelita VAGH, un producto de la Union Carbide Company, que contiene alrededor de 91 %, al peso, de cloruro de vinilo aproximadamente 3%, al peso, de acetato de vinilo y, aproximadamente, 6%, al peso, de alcohol vinílico, con una viscosidad inherente, de aproximadamente, 0,52.

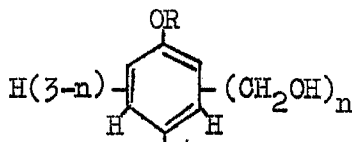
10 El plastificante usado para preparar el compuesto de recubrimiento de organosol incluye ftalatos de alquilo, ésteres alquílicos de ácidos dicarboxílicos de alcano, y fosfatos de alquilo y arilo. El plastificante comprende, generalmente, alrededor de 10% a 25% de componente de organosol. Ejemplos ilustrativos

15 de compuestos de plastificantes que pueden ser usados en la presente invención incluyen octilftalato, dioctilftalato, diisooctilftalato, didecilftalato, dioctiladipato, diisoadipato, dibutiladipato, diisodeciladipato, dibutilsebacato, dioctilsebacato, y 2-etil hexil, difenil, fosfato (SANTICIZER 141, obtenible de la

20 Monsanto Chemical Co.).

El eter de fenol metinol útil en la práctica de la presente invención, está representado por la fórmula general:

25



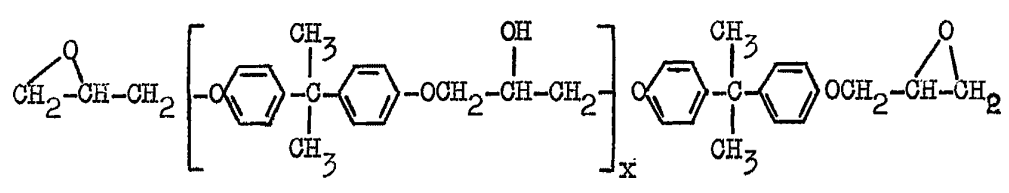
en la cual R representa un miembro de la clase consistente en grupos alifáticos cicloalifáticos, y alifáticos aril-sustituidos, incluyendo sus derivados halogenados, y n representa un número entero de 1 a 3.



Entre los grupos orgánicos que puede representar R en la fórmula de arriba, están incluidos los grupos alquilos, es decir, metil, etil butil, propil, isopropil; alifáticos no saturados, por ejemplo, vinilo, alilo, methalciclopentilo, ciclohexenilo, etc.; ciclohexarilo, ciclopentarilo etc; analquilo, por ejemplo, bencilo, etc.; stirilo, así como derivados halogenados de los grupos alifáticos arriba mencionados, por ejemplo, los grupos ya mencionados conteniendo clorina, bromina, fluorina; bien sean las agrupaciones de alifáticos o aromáticos o bien sean monohalogenados o polihalogenados, por ejemplo, conteniendo dos o mas halógenos, por ejemplo, clorina en el grupo orgánico.

Los éteres de fenol metilol son obtenibles en el comercio. Un ejemplo de un eter de fenol metilol obtenible en el comercio es el GE 75108 METHYLON, un producto de la General Electric Company, que es una mezcla de éteres de alilo de mono-, di-, y trimetilol fenoles.

Las resinas epoxídicas empleadas en la invención para esta aplicación son los productos de reacción polimérica de halohidrinras polifuncionales con fenoles polihídricos que tienen la siguiente fórmula estructural:



en la cual X representa el número de moléculas condensadas, Halohidrinras polifuncionales típicas son las epiclorhidrina, clorhidrina de glicerol y análogas. Fenoles polihídricos típicos son el resorcinol y un 2,2-bis(4-hidroxifenil)alcano, resultando el último de la condensación de fenoles con aldehidos y quetones, incluyendo el formaldehido, acetaldehido, propionaldehido, acetona, metil etil quetona y análogos que resultan, en tales compues-



tos, como 2,2-bis(4-hidroxifenil) propano, y compuestos semejantes. Estas resinas epoxídicas, normalmente, contienen grupos epoxi terminales, pero pueden contener grupos etoxi terminales y grupos hidroxilo terminales.

5 El peso molecular de las resinas epoxídicas puede ser controlado por las proporciones relativas de los reactantes, así como por la extensión a que es llevada la reacción.

En la presente invención, se utilizan solamente aquellas resinas epoxídicas que son de peso molecular suficientemente bajo para que sean compatibles con los componentes de organosol. Generalmente, pueden usarse las resinas epoxídicas que tienen un peso molecular promedio del orden de 300 a 450.

Las resinas epoxídicas son obtenibles en el comercio, siendo ejemplos preferidos la ERL 2772 y la ERL 2774, productos ambos de la Union Carbide Plastics Company, que son los productos de condensación de epiclorhidrina y Bisphenol A (dihidroxi-difenil dimetil metano) y tienen un ensayo epoxídico respectivo de 180 a 195 y de 185 a 195 gramos de la muestra por gramo mol del grupo epoxídico (gramo/gramo mol). El peso molecular promedio de una resina epoxídica es, aproximadamente dos veces el ensayo epoxídico.

La adhesión que promueve la combinación del eter metilol fenol y la resina epoxídica comprende, generalmente, entre alrededor de 7,5% y alrededor de 30 %, al peso, de los constituyentes de volátiles del compuesto del revestimiento. La combinación eter metilol fenol-resina epoxídica se incorpora en el compuesto de revestimiento, preferiblemente, en una proporción de peso entre el eter del metilol fenol y la resina epoxídica de 1:3 a 1:5, si bien la proporción puede ser tan baja como 1:1,2,5.

La presencia de la combinación del metilol fenol y la resina epoxídica en el compuesto de revestimiento, da por resultado una mejora de adhesión, resistencia a ponerse aspera la super-



ficie, mayor resistencia al agua y fuerza cohesiva de la película resultante.

Los triglicéridos epoxidificados que pueden ser usados en la práctica de la presente invención son oxirana conteniendo derivados de acilo graso, tales como aceite de linaza epoxidifica

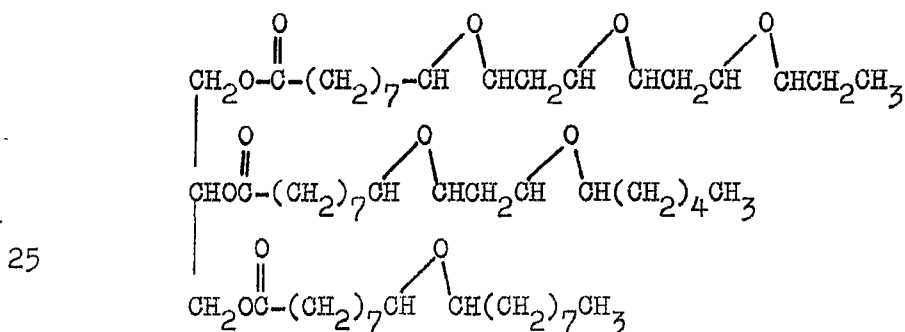
5 do, aceite de pescado epoxidificado o aceite de perilla epoxidificado en los que la no saturación presente en el radical acilo graso del aceite, que tiene lugar naturalmente, se convierte sustancialmente en grupos oxirana proveyendo un alto triglicérido de oxirana. Estos aceites epoxidificados son fluidos de muy baja

10 viscosidad que tienen un valor de yodo residual de no más de 10. Es una característica esencial y crítica de la presente invención que los triglicéridos epoxidificados usados, tengan un contenido de oxirana de al menos 7,5 %. Si el triglicérido epoxidificado usado en el compuesto del revestimiento tiene menos del 7,5 % de

15 contenido de oxirana, el revestimiento muestra una resistencia al calor sustancialmente inferior.

Un triglicérido epoxidificado preferido, es el aceite de linaza epoxidificado. El aceite de linaza epoxidificado puede ser representado bajo la siguiente fórmula:

20



El aceite de linaza epoxidificado es un monómero poliepóxido altamente reactivo conteniendo en el promedio grupos epoxidicos de 5,5 más 3 eslabones de ésteres reactivos por moléculas.

30

El aceite de linaza epoxidificado es obtenible comercialmente de la firma Swife & Company bajo la marca comercial



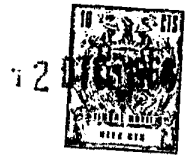
EPOXOL 9-5. Este aceite de linaza epoxidificado tiene las siguientes propiedades:

	Peso equivalente/grupo epoxídico.....	175 a 178
	Peso equivalente/grupo ester.....	318 a 333
5	Peso molecular.....	980 aproximadamente
	Contenido en oxirana.....	9 %, mínimo
	Valor en yodo.....	5, máximo
	Viscosidad Gardner a 25°C.....	880 cps
	Índice de acidez.....	0,3, máximo
10	Gravedad específica.....	1.013 a 1.027

Las resinas triafina-aldehído usadas en la invención, se preparan mediante condensación de un aldehído, particularmente formaldehído, con una triacina, tal como la melamina.

15 Un tipo útil de resina melamina-formaldehído se obtiene fácilmente, por ejemplo, por el método descrito en la patente USA 2.529.856 que incluye la reacción de alcohol inferior con una melamina polimetilol, en presencia de un ácido, durante tiempo tan largo como sea necesario para conseguir la reacción del alcohol con la melamina polimetilol.

20 En la preparación de la resina melamina/aldehído, la melamina metilol puede prepararse primeramente, seguida por la esterificación o "butilación". Sin embargo, es más general hacer reaccionar todos los ingredientes juntos, bajo condiciones ligeramente ácidas. Las características de la resina una vez terminada, dependerán de un número de variables, que incluyen la proporción de
25 formaldehído, el grado de esterificación, el tipo y cantidad de catalizador ácido y el tipo y temperatura de la reacción. En general, se usan de 5 a 6 moles del formaldehído con un mol de melamina y un exceso de butanol ligeramente acidificado. La mezcla se
30 calienta a reflujo y la reacción se continua hasta que se ha obte-



nido una viscosidad requerida. El agua se elimina mediante continua decantación y la acidez se neutraliza antes de la concentración de la resina.

5 En adición a la melamina, puede ser también utilizada, para preparar resinas triacina-alcادهido útiles, otras triacinas o sus derivados, por ejemplo, 2-cloro-4,6-diamina-1,3,5-triacina, 2-fenil-4-amino-6-hidroxil-1,3,5-triacina, 6-metil-2,4-diamino-1,3,5-triacina y análogos.

10 Las resinas triacina aldehido son obtenibles en el comercio. Ejemplos de resinas triacina-aldehido comercialmente obtenibles, que pueden ser usadas en la presente invención, incluyen MX-61, una resina benzoguanamina/formaldehido butilada, producida por la firma Rohm & Haas, vendida como 60 % de sólidos, y QR-336, 100x100 benzoguanamina butilada, MM-47 y MM-55 productos de poli-
15 condensación de melamina, formaldehido y butanol, y CYMEL 300, que son melamina metil hexametoxi, obtenible de la American Cyanamide.

La incorporación de la resina triacina-aldehido en el compuesto de revestimiento es una característica crítica de la presente invención. En la ausencia de la resina triacina-aldehido, el
20 revestimiento ofrece resistencia poco satisfactoria a las elevadas temperaturas usadas para la cura del revestimiento y durante el proceso.

La combinación de la resina triacina-aldehido y el triglicérido epoxidificado comprende, generalmente, entre alrededor de
25 0,5 % y alrededor de 10 %, al peso, de los constituyentes no volátiles del compuesto de revestimiento. La proporción al peso de la resina triacina-aldehido respecto al triglicérido epoxidificado es generalmente mantenida en la escala de 1:3 a 3:1.

30 Los pigmentos son ingredientes optativos. Puede usarse cualquiera de los pigmentos sólidos normalmente usados en la técnica para el coloreado de plásticos de cloruro de polivinilo, in-



cluyendo los pigmentos de reforzamiento y de extensión, tales como sulfato de bario, dióxido de titanio y copos de aluminio, para comunicar opacidad y color. El pigmento puede incluirse en cantidades que van de 1 %, para los orgánicos, a 50 % para los inorgánicos, basados en el peso total de sólidos.

5

Al preparar el compuesto de recubrimiento de la presente invención la resina triacina-aldehído, el triglicérido epoxidificado, la resina copolímera de vinilo y el plastificante se disuelven en una mezcla disolvente, tal como una mezcla de cetonas e hidrocarbónos aromáticos hasta que estos componentes estén completamente disueltos. A la disolución se agrega la resina homopolimérica de cloruro de vinilo en grado de dispersión y un hidrocarbóno alifático, siendo mezclados vigorosamente, los componentes, hasta que los sólidos resulten completamente disueltos. A las resinas disueltas se agrega, entonces, el éter fenol metilcl y la resina epoxídica, y estos componentes se mezclan hasta que se obtenga una mezcla homogénea.

10

15

Las cetonas adecuadas para emplear en la práctica de la presente invención incluyen la metil etil cetona, isoforona, ciclohexanona y diisobutilcetona. Los disolventes hidrocarbonados aromáticos incluyen benceno, tolueno, xileno y mezclas de nafta aromática, obtenibles en el comercio, tales como Solvesso 100 o 150.

20

Los hidrocarbonados alifáticos adecuados incluyen naftas VM&P e hidrocarbónos isoparafínicos tales como los disolventes Isopar, comercialmente obtenibles de la Humble Oil & Refining Company, que son una mezcla de isómeros C-8 con un punto de ebullición entre 116 y 143°C.

25

Los compuestos de revestimientos obtenidos de acuerdo con esta invención pueden ser aplicados satisfactoriamente con conte-

30



nidos sólidos entre, aproximadamente, 20 % y, aproximadamente, 70 % al peso, con base en el peso total del compuesto líquido de revestimiento. Generalmente se prefiere un contenido sólido de 40 a 65 %, al peso.

5 Los compuestos de revestimiento líquido pueden ser aplicados satisfactoriamente mediante cualquiera de los métodos convencionales empleados por la industria de recubrimiento. Sin embargo, para el revestimiento del metal en hojas usado en la fabricación de envases, el revestimiento por rodillo es un método preferido ya que el peso de capa de revestimiento deseado es aplicado fácil y convenientemente en una capa única y el líquido de revestimiento puede ser aplicado con un contenido no volátil tan elevado como alrededor de 70 %, al peso. Para fines de revestimiento general, la pulverización, la inmersión y el flujo de revestimiento, son también métodos de aplicación útiles.

10

15

Tras la aplicación del revestimiento, éste, después de pérdida sustancial de disolvente, se cura mediante calentamiento del sustrato revestido a una temperatura de, aproximadamente, 177°C a, aproximadamente, 316°C durante un periodo que oscila entre unos veinte minutos y, aproximadamente, un minuto.

20

El peso de revestimiento preferido para revestir sustratos de hoja metálica con una capa orgánica protectora, adecuadamente, para uso como revestimiento de envases, es del orden de 2,5 a 15,0 miligramos de revestimiento seco por 645 mm² de superficie de sustrato. Con pesos de revestimiento inferiores a 2,0 miligramos por 645 mm², el revestimiento no es suficientemente protector en general ni adecuadamente resistente a la fractura, tanto en las operaciones mecánicas de fabricación del envase como en las condiciones asociadas a los procesos térmicos de los productos alimenticios en contacto directo con el revestimiento, sobre la superfi-

25

30



5 cie interior o exterior del envase. No hay ventaja significativa o económica reconocida en aplicar a un revestimiento para envases de productos alimenticios, fabricados de chapa metálica, un peso de revestimiento superior a 15,0 miligramos por 645 mm² de superficie. En la utilidad general de los revestimientos, los mismos representan toda la superficie de revestimiento sobre el sustrato interior o el exterior del envase.

10 Compuestos de revestimiento representativos preparados de acuerdo con la presente invención pueden verse en la Tabla I que sigue, identificados como compuestos Nos. 1, 2 y 3. A fines comparativos se dan, en la tabla 1, compuestos formulados de modo ajeno al alcance de la presente invención y que están identificados como compuestos números 4 a 9.

15 Los constituyentes de la fórmula de revestimiento relacionados con la tabla 1 fueron puestos en dispersión en una mezcla de disolvente volátil de 47 %, al peso, de Solvesso 150, 23,0 %, al peso, de Isopar alifático y 30 %, al peso, de una mezcla de diisobutil cetona e isoforona.

TABLA I

20	Componentes	Partes al peso								
	Compuesto No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Cloruro de vinilo homopolimero (BAKELITA OYNV)	32,85	29,96	26,24	33,00	32,85	32,85	32,85	32,85	33,00
25	Cloruro de vinilo copolimero (BAKELITA VMCC)	4,48	4,10	6,56	4,50	4,48	4,48	4,48	4,48	4,50



TABLA I (continuación)

Componentes		Partes al peso								
Compuesto No.		1	2	3	4	5	6	7	8	9
5	Ftalato de Diotilo	7,48	6,84	5,00*	7,50	7,48	7,48	7,48	7,48	8,00
	Pigmento TiO ₂	--	8,55	16,40	--	--	--	--	--	--
10	Eter de metilol/fenol (GE 75108 METHYLON)	1,95	1,80	1,00	--	1,95	1,95	1,95	1,95	1,95
	Resina epoxídica (ERL 2774)	7,47	6,84	4,00	7,48	--	7,47	7,47	7,47	7,47
15	Triglicerido epoxidificado (EPOXOL 9-5)	0,51	0,48	0,65	0,51	0,51	0,51	--	--	0,51**
	Resina triacina/aldehido (MX-61)	0,51	0,55	0,50	0,51	0,51	--	0,51	--	0,51
20	Disolvente volátil	44,75	40,88	39,65	46,50	52,22	45,26	45,26	45,77	44,06

* SANTIICIZER 141

** PARAPLEX G-60, un producto de la firma Rohm & Haas Company, un aceite de soja epoxidificado de alto peso molecular que tiene un peso molecular promedio de alrededor de 1.000, una gravedad específica a 25°C de 0,990 a 0,995 y un contenido de oxirana de 6,3 promedio, 6,8 máximo.

25



Los compuestos de revestimiento de la tabla I se extendieron en una capa, mediante rodillo, sobre un lado de una hojalata del grado correspondiente al empleado en la fabricación de botes de lata convencionales, para proveer revestimientos con un peso de película de 4,5 a 6,5 miligramos por 645 mm² y se cocieron durante 8 a 10 minutos en una temperatura de horno de, aproximadamente, 204°C a, aproximadamente, 216°C. La hoja metálica revestida se elaboró, transformándola en botes, usando técnicas convencionales de la fabricación de botes en los cuales la porción revestida constituía el interior del bote.

Después de la fabricación de los envases revestidos, se examinaron los revestimientos respecto a flexibilidad, resistencia a la corrosión, adhesión y resistencia a las elevadas temperaturas que se dan en la industria de conservas alimenticias. Los ensayos abarcaron:

(1) FLEXIBILIDAD

La capacidad del revestimiento para permanecer flexible y resistir la fractura durante las operaciones mecánicas implicadas en la fabricación del envase, fueron observadas, sometiendo la pieza primaria o patrón ya revestida, a inmersión en una solución de sulfato de cobre ácido durante cinco minutos para comprobar la penetración del sulfato de cobre a través de las películas. La penetración de la solución, con la resultante deposición del cobre sobre el sustrato, es una indicación del fracaso de las películas en las operaciones de troquelado o fabricación. Tales manchas es especialmente probable que aparezcan en los rebordes y dobleces de las películas, donde el metal revestido es severamente forzado o deformado.



(2) CONTINUIDAD DE PELICULA

Un envase revestido se llena con una solución al 1 % de NaCl y la corriente que fluye a través del revestimiento se mide, cuando un potencial standard se aplica entre el cuerpo del bote y un electrodo de acero sumergido en el centro de la solución. El material de revestimiento de la Tabla I es aceptable si se registra un flujo de corriente menor que 0,5 miliamperios al realizar este test.

(3) RESISTENCIA A LA CORROSION

La lámina revestida exteriormente se convierte en tapas y cuerpos de bote y, después de doble costura de la tapa sobre el cuerpo de bote, el bote ensamblado se coloca en una cabina de humedad a 49°C durante 72 horas. Después de este periodo de tiempo, se inspecciona la muestra en cuanto a puntos de corrosión. Una muestra que presenta menos de diez marcas de corrosión es considerada comercialmente satisfactoria.

(4) RESISTENCIA AL CALOR

Para determinar la aptitud de los revestimientos a resistir deterioro por calor se coloca una muestra de sustrato revestido en una estufa de aire durante 20 minutos a 213°C. El revestimiento es, entonces, examinado respecto a quemadura, es decir, decoloración del revestimiento.

(5) PASTEURIZACION

Un envase revestido se llena de agua o cerveza, se cierra, y se somete a temperatura en agua agitada y calentada a 69°C durante 30 minutos. Una muestra de ensayo se corta del envase y se surca la película con un instrumento agudo formando una X. Se opri^{me} una tira de celofan contra el rayado en X, para determinar si el revestimiento puede ser desprendido del sustrato metálico.



(6) APARICION DE SOMBRA

La capa de revestimiento cocida se examina respecto a falta de uniformidad, la cual se revela en forma de una sombra, debido a flujo no uniforme del revestimiento curado sobre el sustrato metálico, después de la cochura en horno industrial.

5

(7) RESISTENCIA A DETERIORO

El revestimiento del bote se examina para detectar arañaduras u otras marcas después de la fabricación.

(8) ESTABILIDAD DE ALMACENAMIENTO

El material de revestimiento líquido se almacenó en recipientes y se sometió a condiciones ambientales, examinándose periódicamente en cuanto a cambios en las propiedades originales.

10

Los resultados de los tests del revestimiento se expresan en la Tabla II, que sigue:

15

TABLA II

Com- puesto número	Flexi- bilidad	Continui- dad de película	Resistencia a corro- sión	calor	dete- rioro	Adhesión tras pasteuriza- ción	Sombra	Estabilidad de almace- namiento.
20	Muy buena	Muy buena	Muy buena	Muy Buena	Muy Buena	Muy buena	Ninguna	Buena en un año.
	Muy buena	Muy buena	Muy buena	Muy buena	Muy buena	Muy buena	Ninguna	Buena en un año.
	Muy buena	Buena	Buena	Muy buena	Muy buena	Muy buena	Ninguna	Buena en un año.
25	Acep- table	Buena	NE*	Buena	Acep- table	Pasable	NE	NE
	Medio cre	Pasable	NE	Buena	Acepta- ble a Medio- cre.	Pasable	NE	NE

30



TABLA II (continuación)

Com- puesto número	Flexi- bilidad	Continui- dad de película	Resistencia a corro- sión	Resistencia a calor dete- rioro	Adhesión tras pasteuriza- ción	Sombra	Estabilidad de almace- namiento.	
5 6	Buena	NE	NE	Mala	Acep- table	Mala	NE	NE
7	Buena	NE	NE	Mala	Acep- table	Mala	NE	NE
8	Acep- table	NE	NE	Mala	Acep- table	Mala	NE	NE
10 9	Acep- table	Pasable	NE	Mala	Acep- table	Pasable	NE	NE

*) ÷ NE = no ensayado.

15 Refiriéndose a la Tabla II, resulta a primera vista evi-
dente que los compuestos de revestimiento de la presente inven-
ción (compuestos 1 a 3) tienen excelente flexibilidad, adhesión
y resistencia al calor, especialmente cuando se comparan con los
compuestos de revestimiento que han sido preparados de manera aje-
na al alcance de la presente invención (compuestos Números 4 a 9).

NOTA DE REIVINDICACIONES

20 Se reivindica como de propia y nueva invención a favor de
CONTINENTAL CAN COMPANY INC., con domicilio en Nueva York (Esta-
dos Unidos) 633, Third Avenue, lo especificado en las siguientes
reivindicaciones:

25 PRIMERA.- Procedimiento para la preparación de láminas metálicas,
recubiertas de un compuesto adherente, aptas para la elaboración
de envases destinados a productos alimenticios, caracterizado en
que la composición adherente puede ser aplicada directamente a la
superficie desnuda del metal y en que dicho compuesto se prepara-



partiendo de una dispersión, en un disolvente orgánico volátil, de (1) un componente de organosol que consta de (a) un homopolímero de cloruro de vinilo en grado de dispersión; (b) un copolímero de cloruro de vinilo en grado de solución; (c) un plastificante; 5 (2) una combinación de componentes promotores de adhesión de un éter de fenol metilol y una resina epoxídica de bajo peso molecular, y (3) una combinación de componentes de estabilización térmica de un triglicérido epoxidificado, que posee un contenido en oxirana de al menos 7,5 %, y una resina triacina-aldehído.

10 SEGUNDA.- Procedimiento según la reivindicación primera, caracterizado en que, en dicho compuesto de recubrimiento, el componente de organosol está presente en el orden de, aproximadamente, 60 % a, aproximadamente, 90 %, al peso, del constituyente no volátil del compuesto de recubrimiento, constituyendo el homopolímero de 15 cloruro de vinilo, en grado de dispersión, de aproximadamente 50 % a aproximadamente 75 %, al peso, del componente de organosol, constituyendo el copolímero de cloruro de vinilo, en grado de solución aproximadamente, de 10 % a aproximadamente 25 %, al peso, del componente de organosol, y constituyendo el plastificante, aproximada 20 mente, 10 % a aproximadamente 25 %, al peso, del componente de organosol.

TERCERA.- Procedimiento según la reivindicación primera, caracterizado en que la combinación de componentes promotores de adhesión de la composición de recubrimiento está presente en un orden 25 de, aproximadamente, 7,5 % a aproximadamente 30 % del constituyente no volátil de la composición de recubrimiento, siendo la proporción, al peso, del éter de fenol metilol respecto a la resina epoxídica del orden de entre 1:3 y 1:12,5.

CUARTA.- Procedimiento según la reivindicación primera, caracterizado en que la combinación de componentes de estabilización térmica del compuesto de recubrimiento se halla presente en un orden 30



de, aproximadamente, 0,5 % a aproximadamente 10 %, al peso, de los constituyentes no volátiles del compuesto de recubrimiento, manteniéndose la proporción, al peso, de la resina trinacina-aldehído respecto al triglicérido epoxidificado, generalmente, dentro del órden de 1:3 a 3:1.

5

QUINTA.- Procedimiento según la reivindicación primera, caracterizado en que el copolímero de cloruro de vinilo de dicho compuesto es un copolímero de cloruro de vinilo/acetato de vinilo/ácido maleico.

10

SEXTA.- Procedimiento según la reivindicación primera, caracterizado en que el éter de fenol metilol de dicho compuesto es una mezcla de los éteres de alilo de mono, di- y trimetilol fenoles.

15

SEPTIMA.- Procedimiento según la reivindicación primera, caracterizado en que la resina etoxi de dicho compuesto es el producto de condensación de epliclorhidrina y Bisfenol A y tiene un peso molecular promedio del órden de 300 a 450.

20

OCTAVA.- Procedimiento según la reivindicación primera, caracterizado en que el triglicérido epoxidificado de dicho compuesto es un aceite de linaza epoxidificado que tiene un contenido de oxirana de al menos 9 %.

25

NOVENA.- Procedimiento según la reivindicación primera, caracterizado en que la resina triacina-aldehído de dicho compuesto es una resina melamina-formaldehído.

DECIMA.- Procedimiento según la reivindicación primera, caracterizado en que el contenido no volátil de dicho compuesto es del órden de, aproximadamente, 20 % a aproximadamente 70 %, al peso, sobre la base del peso total del compuesto líquido.

30

UNDECIMA.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizado en que la lámina metálica, recubierta por una capa orgánica, apta para ser elaborada con destino a ser usada como



5 parte de un envase de alimentos, comprende, al menos sobre una de sus superficies el compuesto líquido de recubrimiento mencionado en la primera reivindicación, para proveer un peso de capa seca de, aproximadamente, 2,5 a aproximadamente 15 miligramos por cada 645 mm² de superficie de sustrato, secándose el recubrimiento mediante pérdida volátil de su disolvente y curándose el mismo por calentamiento del sustrato recubierto a una temperatura de, aproximadamente 159°C a aproximadamente 298°C durante un período de, aproximadamente, 20 minutos a aproximadamente 1 minuto.

10 DUODECIMA.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizado en que el envase obtenido de dicha lámina metálica resulta recubierto, al menos por una de sus superficies, con una capa adherente constituida por el compuesto de recubrimiento, conocido, definido en la primera reivindicación.

15 DECIMOTERCERA.- " PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE LAMINAS METALICAS, RECUBIERTAS DE UN COMPUESTO ADHERENTE APTAS PARA LA ELABORACION DE ENVASES DESTINADOS A PRODUCTOS ALIMENTICIOS " .

20 Tal y como se deja descrito en la memoria precedente, que consta de veintidos hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

Madrid, 12 de Diciembre de 1.968

P.A. de CONTINENTAL CAN COMPANY INC.

VICTOR GIL VEGA