



PATENTE DE INVENCION

ICI CASE Pf-24474A/26898-SPAIN.

Int. Cl.: B29 D 9/10; B32 B 7/10 //
B65 D 65/40

433288

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA PELICULA
DE CAPAS MULTIPLES.

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad
inglesa, residente en Imperial Chemical House,
Millbank, Londres SW1P 3JF, Inglaterra.

La presente invención se refiere a un proce-
dimiento para preparar películas termoplásticas y, par-
ticularmente, películas termoplásticas de capas múlti-
ples.

5. Para muchas aplicaciones se necesitan pelícu-



las que muestren una combinación de propiedades que no pueden alcanzarse en una sola película. Por ejemplo, a una película apropiada para utilización en el envasado de artículos alimenticios, o similares, se le podrá exigir que muestre una terminación de termosellabilidad, resistencia a la tracción, transparencia y permeabilidad al vapor que no puede alcanzarse en una película homogénea.

5. En un intento por obtener una combinación conveniente de propiedades, hasta ahora se han preparado las películas con mezclas homogéneas de los polímeros, pero las propiedades propias de cada polímero suslen estar alteradas en tal medida que dan como resultado una mezcla, que rara vez se alcanza la combinación deseada de propiedades.

10. Otra forma en la que pueden alcanzarse las propiedades deseadas es la de disponer de una estructura laminada en la que se adhieren entre sí dos o más capas de material polimérico. Así, dos o más capas de película preformada pueden unirse entre sí por medio de una capa intermedia de un adhesivo apropiado, o bien recubrirse en una capa preformada en una o ambas de sus superficies, con una capa de material polimérico aplicado fundido u, optativamente, como una solución o dispersión, un disolvente dispersante adecuadamente volátil.

15. En el campo de las películas para embalaje, es particularmente conveniente proporcionar una película termosellable que puede someterse a temperaturas a las que pueda sellarse la película a sí misma sin alterar la integridad de la película. Esto se alcanza convenientemente proporcionando en un sustrato de película una capa de material termosellable que se adhiere firmemente al sustrato y que puede fundirse a una temperatura inferior a aquella a la que el sustrato de película

20. 25. 30.



la empieza a reblandecerse. Naturalmente, cuanto menor sea la temperatura de fusión del revestimiento termosellable, menor será el riesgo de que el sustrato de la película sufra daños durante la operación de termosellado.

5. Por ejemplo, el arrugamiento o encrespado de la película en la zona de termosellado es un defecto que surge debido a un excesivo encogimiento térmico del sustrato.

- Las técnicas modernas para el envasado de productos tales como las frituras de patata, nueces, artículos de confitería, galletas y alimentos similares, para aperitivos; tuercas, pernos, tornillos, clavos, remaches y similares, incluyen frecuentemente la formación de un envase, creando un termosellado entre dos capas opuestas de una película de embalaje y la introducción sustancialmente simultánea en el envase recién formado del producto deseado. Así, en la técnica de envasado, denominada de "conformar y llenar" en dirección vertical se alimenta una tira plana y continua de película de envasado alrededor de un "reborde formador" donde recibe forma tubular, y de aquí pasa a un mandril, o formador cilíndrico interior hueco, donde los bordes longitudinales libres de la película se sellan entre sí para crear una película tubular continua. La película tubular, pasa a continuación entre un par de mordazas de termosellado que cooperan intermitentemente y que crean una sucesión de termosellados, generalmente, sellados arrugados, a través del ancho de la película, introduciéndose la cantidad deseada de producto en cada envase a través del mandril interno en el intervalo entre la formación de los termosellados horizontales sucesivos. En operaciones a gran velocidad, el producto se introduce en el envase de manera sustancialmente simultánea a la creación
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



del termosellado horizontal inferior y, para evitar la rotura del envase, es pues esencial que la resistencia propia del termosellado inferior alcance rápidamente, antes de que se disipe la energía térmica, aplicada para crear el termosellado

5. un nivel suficiente para soportar y mantener el producto introducido en el envase. De esta forma, la película de embalaje es necesario que muestre una elevada "resistencia al termosellado".

Se ha sugerido que un copolímero totalmente cristalino y de elevado peso molecular de propileno y buteno-1, conteniendo de 25 a 80 mol % de buteno-1 y preparado polimerizando una mezcla de los monómeros en presencia, como catalizador de una mezcla de un haluro de un metal de transición, un derivado organometálico de aluminio o un haluro de dicho derivado

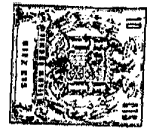
10. y un éster, amida o éster-amida de ácido fosfórico, se adhiere bien a los materiales de plástico para proporcionar un revestimiento fácilmente termosellable. Estos revestimientos se aplican apropiadamente a un sustrato a partir de su solución en un disolvente orgánico para proporcionar una capa relativamente gruesa de revestimiento que tenga un peso de 1,5 a 4

15. g/m².

Nosotros hemos desarrollado ahora una película de capas múltiples que no solo puede ser termosellada a temperaturas convenientemente bajas, y que muestra una conveniente

20. adhesión entre las capas adyacentes de la película, sino que, sorprendentemente, es también sustancialmente resistente al frotamiento, las rayaduras y la adhesión a las mordazas del equipo de termosellado, y que puede termosellarse en una gama de temperaturas convenientemente amplia.

30. En consecuencia, la presente invención proporciona



- una película de capas múltiples que comprende una capa de sustrato de un polímero o copolímero de una α -olefina, cuya molécula tiene de dos a seis átomos de carbono, teniendo, en al menos una de sus superficies, una capa de un copolímero de propileno y otra α -olefina que contiene de 4 a 10 átomos de carbono en su molécula, siendo el contenido de propileno del copolímero de un 80 a un 95% en peso del copolímero.
- 5.

- Según una realización preferida de la invención; una película de capas múltiples que muestra una resistencia al termosellado convenientemente elevada, comprende una capa de sustrato de un polímero o copolímero de una α -olefina, cuya molécula contiene de 2 a 6 átomos de carbono, teniendo en al menos una de sus superficies una capa de un copolímero de propileno y otra α -olefina que contiene de 4 a 10 átomos de carbono en su molécula, siendo el contenido de propileno del copolímero de un 80 a un 95% en peso del copolímero, y no superior el espesor de la capa del copolímero de una micra.
- 10.
- 15.

- Entre los materiales apropiados para el sustrato se encuentra el polímero y copolímeros de α -olefina tales como el etileno, el propileno, el buteno-1, 4-metilpenteno-1 y hexeno-1. El polietileno de elevada densidad, por ejemplo, el polietileno que tenga una densidad de más de 0,949 g/cm³, es un material de sustrato apropiado, aunque para aplicaciones de envase un sustrato preferido es un homo- o co-polímero en bloque de propileno, conteniendo este último, por ejemplo, hasta un 15% en peso del copolímero de otra alfa-olefina copolimerizable, como por ejemplo el etileno.
- 20.
- 25.

- Entre los monómeros apropiados para copolimerizar con el propileno y formar la capa copolimérica de nuestras películas compuestas o de capas múltiples, se incluyen el
- 30.



penteno-1, el hexeno-1, el hepteno-1, y el deceno-1, aunque el buteno-1 se ha demostrado ser un comonomero particularmente apropiado.

- El contenido del monómero de alfa-olefina en el material de copolímero de propileno, debe de ser inferior al 5% en peso del copolímero, porque por debajo de ese contenido, la temperatura de reblandecimiento del copolímero es tan elevada que produce una película con una temperatura de obturación de umbral muy elevada, es decir, la menor temperatura de termosellado con la que se obtienen obturaciones de resistencia aceptable. De igual modo, para impedir la indebida alteración de la estructura cristalina del copolímero de propileno, el contenido del otro monómero de alfa-olefina, debe mantenerse a un nivel no superior al 20% en peso del copolímero. En el caso de un copolímero de propileno/buteno-1, un contenido de buteno-1 de un 10% a un 20% en peso del copolímero, aproximadamente, se ha mostrado especialmente apropiado, y para aplicación a un sustrato de polipropileno, nosotros preferimos emplear particularmente un copolímero en el que el contenido de buteno-1 sea del 10% al 15%, preferentemente, del 11,5% al 13,5% en peso del copolímero.

- Preferentemente, los copolímeros, en forma granular antes de la formación en una capa de película a partir de los mismos, tienen un índice de fluidez a la fusión, medidos según la norma ASTM/D123865T, (Condición N) de 10 a 400 g/¹⁰ minutos, preferentemente, entre 10 y 200/10 minutos, y particularmente se prefiere que sea entre 60 y 80/10 minutos; los copolímeros apropiados, en consecuencia, tienen un peso molecular (peso medio) de 350.000 a 120.000 aproximadamente, y preferentemente entre 350.000 y 140.000 aproximadamente.



- Aunque los copolímeros aplicados en la formación de la capa aplicada pueden describirse como copolímeros aleatorios, creemos que la copolimerización no puede ser aleatoria, al menos en un sentido estadístico exacto. Así, aunque en la
5. producción de nuestros copolímeros los comonomeros respectivos se alimentan por lo general simultáneamente a un reactor de polimerización, durante al menos una parte sustancial del tiempo de reacción, probablemente es más fácil que bien el propileno u otras unidades del monómero de alfa-olefina, se
10. unan a la cadena polimérica creciente, inmediatamente adyacente a una unidad monomérica idéntica, de manera que puede existir la tendencia a que se formen secuencias cortas de unidades monoméricas idénticas, preferentemente en la cadena polimérica.
15. La formación de nuestros copolímeros, se forme preferentemente en presencia de un catalizador, "estereoespecífico" expresión con la cual indicamos un catalizador, que en condiciones equivalentes polimeriza el propileno en ausencia de
20. otros monómeros, al polipropileno, que es al menos un 60% soluble en heptano hirviendo. Los catalizadores capaces de hacer esto comprenden un compuesto metálico de transición y un activador organometálico, que con perfectamente conocidos en la técnica; vease, por ejemplo, "Linear and Stereoregular Addition Polymers" de Gaylord y Mark, publicado por Interscience en 1959. Entre los compuestos de este tipo particularmente útiles se encuentran los compuestos de titanio trivalente activados con compuestos de aluminio-alquilo. Preferimos el uso del tricloruro de titanio, obtenido por reducción del tetracloruro de titanio con un compuesto de aluminio-al
25. quilo, o con metal de aluminio, utilizando como activador un
- 30.



- haluro de aluminio-alquilo. Un catalizador particularmente útil y muy estereoespecífico se obtiene reduciendo el tetracloruro de titanio en un diluyente de hidrocarburo inerte a una temperatura de -20 a 20°C , con un sexquicloruro de aluminio-alquilo, preferentemente añadiendo de manera gradual el sexquicloruro al tetracloruro de titanio disuelto en el hidrocarburo, recuperándose el material de tricloruro de titanio así obtenido lavándose opcionalmente, o calentándose una o más veces entre 40 y 150°C , o ambas cosas, y utilizándose como catalizador en presencia de un cloruro de aluminio, -dialquilo, como por ejemplo el cloruro de dietilaluminio, como activador.

- Los componentes catalizadores pueden introducirse en la zona de polimerización como soluciones o suspensiones en diluyente de hidrocarburo. La polimerización normalmente se lleva a cabo a temperaturas de 20 a 75°C y puede efectuarse en presencia de un diluyente, tal como hidrocarburo inerte, el mismo propileno, o una mezcla de propileno con un hidrocarburo inerte.

- Puede utilizarse una gama de presiones de polimerización, pero es necesario controlar la proporción entre las presiones parciales del propileno y otras alfa-olefinas en el recipiente de reacción, con el fin de producir el copolímero de la composición requerida. La polimerización se lleva a cabo en ausencia de cantidades sustanciales de aire y agua, ya que estos materiales inhiben los materiales utilizados, pero para controlar el peso molecular del copolímero, puede estar presente un agente de transferencia, como por ejemplo hidrógeno. Cuando ha terminado la polimerización, puede detenerse la reacción, por ejemplo añadiendo un alcohol, tal como el isopropanol, y retirarse los residuos de catalizador, lavando con



un reactivo apropiado, como por ejemplo, agua, o más isopropanol, o mezclas de acetilacetona y alcoholes inferiores.

La producción de estos copolímeros puede realizarse por la técnica expuesta en nuestra patente británica nº

5. 1.084.953 para la producción de copolímeros de propileno ricos en buteno-1, la cual se incorpora a la presente como referencia.

10. Conviene que los copolímeros para utilizar en la producción de las películas de capas múltiples de la presente invención muestren un grado de cristalinidad, tal como se definirá más adelante, de un 35 a un 65%. En el caso de los copolímeros de propileno-buteno-1 preferimos que el grado de cristalinidad se encuentre dentro de una gama del 40 al 60%, y a ser posible, preferentemente dentro de una gama de 45 al 55%.

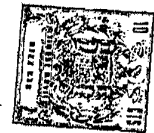
15. El grado de cristalinidad del copolímero a que aquí se hace referencia, se determina por una técnica fundamentalmente similar a la descrita por Natta, Corradini y Cesari, Rend. Accad. Naz. Lincei 1957, 22, 11. En esta técnica, se obtiene una exploración de difracción por rayos X de una muestra de
20. copolímero, ciclado térmicamente, tal como se describirá más adelante, utilizando un difractómetro, Philips PW 1010, que trabaja en transmisión, con radiación Cu-K y discriminación de la altura del impulso. Se traza una línea base de fondo y
25. recta sobre el espectro de difracción "cristalina" resultante entre θ de 4° y 16° en la que θ es el ángulo Bragg y el espectro de difracción de una muestra de polipropileno amorfo al 100% se superpone de manera congruente sobre el espectro cristalino, en esta región de espera, de forma que el espectro amorfo roce el mínimo del espectro cristalino, que se presenta en θ en aproximadamente $7,75^\circ$. La superficie total entre
- 30.



el espectro "cristalino" y el amorfo, en la gama especificada, de θ , se iguala a la intensidad de dispersión cristalina, (C), y la superficie entre el espectro amorfo y la línea se iguala a la intensidad de dispersión amorfa (A.). A continuación se define el grado en porcentaje de cristalinidad como $100 C/(C+A)$, sin correcciones.

Es importante la historia térmica de las muestras de copolímero antes de la determinación de cristalinidad, para obtener resultados consistentes dentro de la definición anteriormente citada, se preparan muestras comprimiendo, a 210°C unas placas finas del polvo de copolímero tal como se hace originalmente, y enfriando la placa a velocidad moderada. Se corta de la placa una muestra (10 mg), colocándose en una cubeta normal de aluminio (6,35 mm de diámetro) la cual se coloca en una cavidad en un bloque de latón sellado con una tapa gruesa de latón, midiendo el bloque sellado junto con la tapa aproximadamente 15 x 100 x 120 mm. y calentándose por inmersión en un baño de aceite de aproximadamente 5 litros de capacidad mantenido a una temperatura de 160°C .

La introducción del bloque de latón reduce la temperatura del baño y el calentamiento lento del baño se continua por lo tanto hasta que registremos una temperatura de 160°C en un termopar colocado dentro del bloque de latón. Este proceso final de calentamiento ocupa unos 15 minutos, alcanzándose asintóticamente la temperatura deseada de 160°C y ocupando un periodo de unos 10 minutos el aumento de 150 a 160°C . Acto seguido, se comienza inmediatamente el enfriamiento, y se continua a una velocidad controlada de 6°C por hora, hasta que la muestra alcance la temperatura ambiente. Finalmente la muestra enfriada se tritura y se coloca en un tubo de vidrio



PANTAK de pared fina de 2 mm. de diámetro, como se ha dicho anteriormente.

5. Como se ha descrito anteriormente, los copolímeros empleados en las películas de capas múltiples de la presente invención, cuando se examina por la técnica anteriormente citada, antes que los copolímeros hayan sido incorporados a una película de capas múltiples, muestren un grado de cristalinidad de un 35 a un 65%. A título de comparación, un típico homopolímero de propileno, comercialmente disponible, muestra un grado de cristalinidad, determinado por la misma técnica, del orden del 70%.

10. La aplicación de la capa de copolímero termosellable al sustrato se realiza por cualquiera de las técnicas de laminación o revestimiento empleadas convenientemente en la producción de películas compuestas. Así, unas láminas preformadas del material del sustrato y la capa de copolímero, pueden laminarse entre sí, convenientemente, por el uso de adhesivo, por ejemplo, pasando los componentes de laminación juntos entre unos rodillos de presión mantenidos a temperaturas apropiadas. Optativamente, la capa de copolímero puede aplicarse al sustrato como dispersión o solución en un medio líquido adecuado, preferentemente caliente, como por ejemplo, tolueno, orto, meta o para-xileno mono-clorobenceno, ciclohexano o tricloroetileno, que posteriormente pueden recuperarse y reciclarse para uso posterior. Prefentemente, sin embargo, la capa de copolímero se aplica al sustrato por medio de una técnica de revestimiento por fusión o extrusión, en la que se extruye directamente sobre la superficie de un sustrato preformado una capa fundida del copolímero de propileno/alfa-olefina, o bien los componentes poliméricos del
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



sustrato y la capa de revestimiento se extruyen al mismo tiempo en condiciones tales que las capas componentes se pongan en contacto entre sí mientras cada una de ellas está todavía fundida.

5. Cuando la capa de copolímero se aplica a un sustrato preformado, la adhesión de la capa aplicada al sustrato puede mejorarse orientando el sustrato después de la aplicación de la capa de copolímero.

10. La adhesión de la capa de copolímero termosellable al sustrato puede también mejorar, si así se desea, con el uso de un revestimiento intermedio de anclaje aplicado al sustrato antes de la aplicación de la capa de copolímero termosellable. Entre los materiales de revestimiento de anclaje apropiados se incluyen los copolímeros de etileno-acetato de vinilo o los copolímeros de etileno-(met) acrilato de alquilo.

15. No obstante, como se ha descrito anteriormente, preferimos aplicar una técnica de co-extrusión, y cuando se co-extruyen dos o más capas poliméricas fundidas, y se ponen mutuamente en contacto mientras están todavía en estado fundido, se elimina la necesidad de emplear un revestimiento intermedio de anclaje. Convenientemente, la co-extrusión se efectúa a partir de una matriz de canales múltiples de manera que señala que los componentes poliméricos fundidos que constituyen las capas individuales de la película compuesta se unen en sus límites dentro de la matriz para formar una sola tira compuesta que a continuación se extruye a partir de un orificio común de matriz. Se comprenderá por consiguiente, que cualquier referencia en esta especificación a que la
20. capa de copolímero de propileno, "se aplica", "se proporciona"
- 25.
- 30.



5. na" o "se deposita" de cualquier otro modo sobre la capa del sustrato, incluye la formación de una estructura de película de capas múltiples por la co-extrusión simultánea de la capa del sustrato y una capa de copolímero de propileno en una o ambas superficies de la capa del sustrato.

10. Preferentemente, las películas compuestas de la presente invención, se estiran para orientarlas. La orientación puede efectuarse axialmente, estirando la película en una dirección o en dos direcciones mutuamente perpendiculares en el plano de la película, y la orientación biaxial puede ser equilibrada o desequilibrada, por ejemplo, con el mayor grado de orientación de una película desequilibrada en una orientación preferida; por lo general la dirección longitudinal o de la máquina. Convenientemente, el material de sustrato de poliolefina y el material de copolímero termosellable, se coextruyen en forma de un tubo compuesto que posteriormente se enfría rápidamente, se vuelve a calentar y a continuación se expande por presión de gas interno para provocar una orientación transversal y se retira a una velocidad superior a la que se a la que se extruye para estirarlo y orientarlo en la dirección longitudinal. Como opción, una película plana recubierta con copolímero puede orientarse por estirado simultáneo o secuencial en cada una de dos direcciones mutuamente perpendiculares por medio de un estricador o por una combinación de unos rodillos de estirado y un estricador. Cuando se forma una película compuesta, termosellable, uniendo entre sí dos películas preformadas, solo es necesario que se oriente la película del sustrato antes de la operación de unión.

20. El grado en que se estira la película depende, en
30. cierta medida del uso último para el que se pretende la pe-



lícula, pero para una película de envase con base de polipropileno, consideramos que se desarrollan propiedades satisfactorias tanto de tracción como de otro tipo cuando la película se estira entre 3 y 10, y preferentemente, 7 veces sus dimensiones originales en cada una de las direcciones, longitudinal y transversal.

Después del estirado, la película polimérica, normalmente se "termoendurece", mientras se impide que se encoja, a una temperatura superior a la temperatura de transición del estado vítreo del polímero y por debajo de su temperatura de fusión. La temperatura óptima de termoendurecimiento puede establecerse fácilmente por una experimentación simple, y para un sustrato de polipropileno, el termoendurecimiento, se efectúa convenientemente en la gama de 115 a 160°C. El endurecimiento puede efectuarse por medio de cualquier técnica convencional, como por ejemplo, por medio de un estricador o por un sistema de uno o más rodillos calentados como se expone, por ejemplo, en la patente británica, nº 1.124.856.

Las películas compuestas según la presente invención pueden prepararse en una amplia gama de espesores que se rigen fundamentalmente por la aplicación última para la que se empleará una película particular. Las películas que tengan un espesor total en una gama de 2,5 a 100 micras, son de utilidad general, pero para aplicaciones generales preferimos emplear película de unas 10 a 50 micras de espesor total.

La proporción entre el espesor del sustrato y la capa del copolímero pueden variar dentro de una amplia gama, aunque preferimos que el espesor de la capa de copolímero no sea inferior al 0,2% (preferentemente del 0,5%), ni superior al 50% del del sustrato.



No obstante, como se ha descrito anteriormente, se obtiene una película de capas múltiples según la invención con una resistencia al termosellado convenientemente elevada, cuando el espesor de la capa del copolímero de propileno no supera 1 micra, y preferentemente no supera las 0,75 micras. Para asegurar un valor aceptablemente elevado de la resistencia al termosellado, preferimos que el espesor de la capa de copolímero de propileno no supere las 0,5 micras, y en una realización particularmente preferida de la invención el espesor de la capa de copolímero de propileno no supera las 0,25 micras. Para un sustrato de película de homopolímero, o copolímero de propileno, el espesor de la capa termosellable de copolímero de propileno, se encuentra apropiadamente en la gama de 0,05 a 0,25 micras, y más preferentemente, de 0,1 a 0,25 micras.

Si se desea, pueden proporcionarse a ambas superficies del sustrato una capa termosellable de propileno/alfaolefina, según la presente invención, y los espesores de las dos capas de copolímero pueden ser iguales o diferentes. Por ejemplo, a una película de sustrato de un espesor de 25 micras, se le proporciona convenientemente una capa de copolímero de 0,75 micras de espesor en una superficie y una capa de copolímero de 0,25 micras de espesor en la otra superficie. Optativamente, una superficie del sustrato puede quedar sin revestir, o puede recubrirse con una capa de una composición diferente según las propiedades que se exija a la película para una aplicación particular.

Si se desea, por ejemplo, para mejorar la receptividad a la impresión, la superficie que no forma obturación de una película de capas múltiples de la presente invención, puede someterse a un tratamiento físico que oxide la superficie



carbono, según se expone en nuestra patente británica nº 1.034. 337.

5. Las películas compuestas preparadas según la presente invención, son termosellables a temperaturas relativamente bajas en comparación, por ejemplo a temperaturas del orden de 125°C e inferiores, para proporcionar una obturación fuerte y hermética. Adem's, el revestimiento termosellable se adhiere firmemente al revestimiento del sustrato, muestra una conveniente resistencia a las rayas y al desgaste abrasivo, y es
10. resistente a la adhesión a las mordazas del equipo de termosellado.

La eliminación de la adhesión a las mordazas tiene considerable importancia en la industria del envasado, en la que la adhesión intermitente de una película de embalaje a
15. las mordazas del equipo de termosellado empleado para formar los envases individuales por obturación de la película a sí misma, puede impedir o detener el paso uniforme de la película a través del equipo, alterando de ese modo la operación de envasado. El problema es de particular importancia en relación con las máquinas de embalaje del tipo denominado "formar
20. y llenar" vertical, tal como se ha descrito anteriormente.

Para comparar el grado de adhesión a las mordazas de diversas películas, hemos preparado una prueba arbitraria que emplea una máquina de termosellado "Profit-Maker" Woodman
25. (0,5-3,5 onzas de capacidad) con un par de mordazas de ondulación que cooperan y que actúan en un plano sustancialmente horizontal para formar unos termosellados a través de la anchura de una película tubular que pasa verticalmente entre las mordazas. Cada mordaza comprende una cara dentada rectangular de acero suave cromado de 6,350 mm. de profundidad (es
30.



- decir, en dirección vertical) y 27 mm. de anchura; cada cara comprende una serie de dientes en forma de cuña, cada uno de los cuales se extiende continuamente a través de la cara en dirección vertical, teniendo cada diente la forma de un frusto
5. prisma con una "cabeza" de 0,25 mm. de alto y una base, o raíz de 1,990 mm. de ancho, siendo de 0,127 mm. la separación horizontal entre las raíces de dientes adyacentes, de manera que los dientes se encuentran separados horizontalmente a una densidad de aproximadamente 13 dientes por 25 mm. La altura de cada
10. diente, es decir, la distancia en la que la cabeza plana de un diente se extiende horizontalmente desde la cara de la mordaza, es de 0,76 mm. y el ángulo incluido entre los dientes adyacentes es de 90°. Cuando se cierran, con los dientes entremezclados, las mordazas ejercen una presión de aproximadamente,
15. 11.952 kg/m² sobre la película situada dentro de las mismas.
- A efectos de la prueba, las mordazas se mantienen a una temperatura de 130°C, una película tubular con una anchura plana inferior a 127 mm. convenientemente del orden de 53,5 mm, se alimenta hacia abajo entre las mordazas por influencia
20. de una pequeña carga, que tiene forma de un peso fijado a la película, y se accionan las mordazas para efectuar obturaciones intermitentes a través de lo ancho de la película a una velocidad de 25 obturaciones por minuto. La prueba se repite con una serie de diferentes pesos unidos a la película para determinar
25. la carga mínima necesaria para asegurar que la película marcha uniformemente a través de la máquina sin adherirse a las mordazas cuando se realiza una obturación. Para mayor comodidad, la carga mínima (en gramos) se multiplica por un factor de 127"x, en donde x es la anchura en mm. de la obturación
30. efectuada en la película plana, para proporcionar un valor en



la carga mínima requerida para una obturación de 127 mm. de ancho, correspondiente a las dimensiones de una bolsa "standard": El valor resultante, en gramos por 127 mm. de ancho es el grado de adhesión a las mordazas de la película que se prueba. En la práctica, el grado de adhesión a las mordazas conviene que sea inferior a 10g/127 mm y preferentemente, inferior a 5g/127 mm.

Las películas de capas múltiples de la presente invención son apropiadas para su utilización en la industria del embalaje, particularmente para la formación de envases flexibles para alimentos y similares. No obstante, pueden emplearse en cualquier otra aplicación para la que se necesite una película de poliolefina termosellable.

A continuación se ilustra la invención con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

La Figura 1 representa una vista en alzada lateral de una película de base de homopolímero de propileno (1) que tiene un revestimiento fino de copolímero de propileno/buteno-1(2) en una de sus superficies, y

La figura 2 representa una vista en alzada lateral de una película de sustrato similar 1 que tiene un revestimiento fino en ambas superficies 2,3 de la misma de copolímero.

El procedimiento de prueba empleado para determinar la resistencia del termosellado de películas de capas múltiples según la presente invención se ilustra con referencia a las figs. 3 a 6, ambas inclusive, de los dibujos adjuntos, en las que:

La figura 3 es una vista en perspectiva de una larga tira de acero para muelle,



La figura 4 es una perspectiva de la tira de la fig. 2 que se calibra con la adición de pesos,

5. La figura 5 es una vista lateral que muestra la formación de un termosellado entre dos superficies opuestas de una película de capas múltiples fijada a los extremos libres de la tira de acero, y

la figura 6 es una vista en alzada lateral que muestra el comportamiento de la superficie termosellada de película cuando se suelta la presión de operación aplicada.

10. Haciendo ahora referencia a las figuras 3 a 6, la resistencia del termosellado de las películas de la presente invención se determina por medio de una serie de largas tiras de acero para muelles 10 de aproximadamente 25 mm. de ancho. La longitud de cada tira de acero se selecciona de manera que se
15. proporciona a través de las tiras una gradación en la energía de empuje ejercida por una tira para separar las capas de película de una termoobturación recién creada, y puede encontrarse convenientemente en la gama de 500 a 1.000 mm, aproximadamente. La calibración de una tira de acero para muelles se
20. efectúa plegando la tira sobre sí misma alrededor de su punto medio en forma aproximada de una "C" con los brazos alargados y aplicando gradualmente una carga creciente en forma de pesos 11 colocados en el brazo superior hasta su extremo libre, hasta que los extremos libres de la tira se ponen en contacto
25. entre sí (fig. 4). Si, por ejemplo, la carga requerida es de 10 g., la tira metálica se clasifica como un "muelle de 10 g".

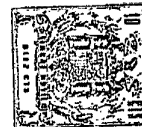
30. Haciendo referencia a la fig. 5, una tira 14 de una película de capas múltiples de la presente invención con una anchura de 25 mm. y una longitud de unos 150 mm. se pliega sobre sí misma, de manera que las superficies del copolímero de



propileno de las mismas estén en contacto entre sí, y los extremos libres, 15, 16 de la tira de película se fijan por un adhesivo adecuado a la superficie exterior de los extremos libres, 12, 13, de una tira de resorte anteriormente calibrada 10, que se mantiene bajo compresión manual de manera que los extremos libres de la tira de resorte permanezcan en contacto hasta que se obturen entre sí las superficies opuestas de la tira de película entre las mordazas calentadas 17, 18 de un termoobturador Sentinel Modelo 12AS), colocandose los extremos libres de la tira de resorte fuera pero inmediatamente adyacente a los bordes de las mordazas obturadoras. La profundidad "y" de las mordazas 17, 18, es de 25 mm. por lo que se forma una termoobturación de 25 mm. de lado entre las superficies opuestas de la tira de película.

15. Cuando se cierran las mordazas obturadores 17, 18 se retira la fuerza manual de compresión, de manera que cuando se retraen inmediatamente las mordazas de obturación a la posición abierta ilustrada en la fig. 6, los extremos libres de la tira de acero pueden apartarse, teniendo con ello tendencia a romper la termoobturación recién creada. La profundidad "x" de la abertura producida de ese modo en la obturación, proporciona una medida de la resistencia de la obturación, expresándose el grado de apertura de la obturación en forma de $x/100$ y $\%$. Repitese el procedimiento de prueba en muestras de película, utilizando cada vez una serie de tiras de resorte calibradas, de fuerza cada vez mayor.

30. En contraste con la resistencia de la termoobturación, que se determina antes de que se haya disipado la energía térmica empleada para formar el termosellado, la resistencia al termosellado de la película se determina una vez que



se ha enfriado la obturación a la temperatura ambiente, y se ha desarrollado toda la resistencia potencial de la obturación.

5. Para determinar la resistencia al termosellado, se colocaron dos películas de capas múltiples con la superficie de copolímero de propileno en contacto entre sí, y se sellaron los extremos de las tiras entre las mordazas de un termoobturador Sentinel (Modelo 12AS) calentándose solo una de las mordazas de la unidad. La resistencia de la obturación se midió cortando de las tiras de película selladas entre sí, que se habían
10. dejado enfriar a la temperatura ambiente, una tira de 25 mm de ancho y de unos 100 mm de longitud, extendiéndose el termosellado a través de todo lo ancho de la tira, con una superficie de unos 25 x 25 mm. Los extremos no sellados de la tira se fijaron entonces a un dinamómetro y a una superficie de agarre,
15. respectivamente se aplicó una carga a la superficie de agarre y se registró con el dinamómetro la carga mínima necesaria para separar las tiras en la zona sellada, expresándose como una resistencia al sellado de $x \text{ g}/25 \text{ mm}$. en donde X era la carga en gramos.
20. El grado de adhesión entre la capa de copolímero y la capa del sustrato de las películas de la presente invención se determina midiendo la fuerza necesaria para separar una tira de 10 mm de ancho de la capa de copolímero de la película soportada. Con el término "película soportada" entendemos una
25. película que ha sido emparedada entre tiras opuestas de cinta adhesiva "Sellotape" de 25 mm de ancho, durante 1 hora. Una vez transcurrida esta, se corta una tira de 10 mm. de ancho del "emparedado", y la tira del soporte de la "sellotape" en contacto con una superficie de la tira de película que se
30. prueba se adhiere en posición vertical a un soporte de pelí-



5. cula fijado a un dinamómetro. La capa de "Sellotape" que se adhiere a la otra superficie, recubierta con copolímero, de la película, se separa entonces del extremo superior de la tira, se gira unos 180° y se fija a un miembro de agarre a través del cual se aplica una fuerza de tracción para retirar la capa de "Sellotape", junto con la capa de copolímero de la tira de la película de base. El dinamómetro registra entonces la fuerza máxima, medida en g/cm, necesaria para retirar la capa de revestimiento. Si la adhesión entre la capa de revestimiento y el sustrato supera la que hay entre la capa de revestimiento y la "Sellotape", el revestimiento no puede retirarse por esta técnica, y el resultado de la prueba se registra como "no hay separación".

10. La invención se ilustra además con referencia a los siguientes ejemplos:

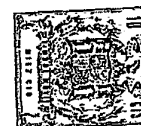
15. EJEMPLO 1

Este ejemplo ilustra la producción de un copolímero de propileno/buteno-1 para utilizar como capa termosellable en una película de capas múltiples.

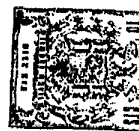
20. Un recipiente de presión con agitación se cargó con 280 galones de diluyente de hidrocarburo seco, (temperatura de ebullición: 150-180°C) retirándose todas las trazas de oxígeno por evacuación y purga con nitrógeno. A continuación se añadieron 23,7 moles de AlEt₂Cl (como solución en 20 l de diluyente), y 13,2 moles de TiCl₃ (como pasta en 20 l de diluyente). Este TiCl₃ se preparó reduciendo TiCl₄ con sesquicloruro de etil-aluminio, según se describe en la memoria completa de nuestra patente británica nº 1.014.944, con una relación molar entre el cloruro de dietil-aluminio y el tetracloruro de titanio de 0,9.

25.

30.



- El autoclave se calentó a 60°C y en un periodo de 10 minutos se añadieron 95,85 Kg de propileno conteniendo 0,16 moles % de hidrógeno. Cuando la presión había descendido a 2,24 Kg/cm² (siendo la presión del gas inerte de 0,3:2 kg/cm² en el reactor) se introducen rápidamente, 45 l de buteno. Se dosificaron juntos propileno, conteniendo hidrógeno, y buteno en una proporción constante de manera que se añadieran otros 365,4 kg de propileno y 131 l. de buteno-1, líquido, durante un periodo de 106 minutos. En este momento se redujo la velocidad de alimentación de propileno a 33,3 kg/hpra, continuandose durante otra hora, sin cargarse más buteno adicional, para dejar que la presión descendiera a 0,56 kg/cm².
- Se retiraron los residuos de catalizador inyectando 55 litros de isopropanol y calentando durante 4 horas a 65°C.
- La pasta resultante, después de lavado con tres lotes sucesivos de agua de 540 litros cada uno, se filtró para eliminar la mayor parte del diluyente; la destilación por vapor eliminó el diluyente restante para dejar las partículas de polímero que se filtraron y secaron en una secadora giratoria.
- De esta reacción se aislaron aproximadamente 451,3 Kg de un copolímero sólido propileno/buteno-1, siendo el contenido de buteno-1 del copolímero de un 14% en peso.
- El polvo seco y fluido resultante tenía un índice de fluidez en fusión, tal como se ha descrito anteriormente de aproximadamente 32 g/10 minutos, el polvo se estabilizó entonces añadiendo un 0,01 % en peso, basándose en el peso del copolímero de 1,3,5- tri-(3,5- diterc-butil-4-hidroxibencil)-2,4,6-trimetilbenceno y 0,15% en peso de estearato cálcico, y se convirtió en granos de forma cilíndrica por extrusión con una extrusión de un diámetro de tambor de 83 mm,
- 5:
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



mantenido a una temperatura de 250°C. El índice de fluidez en fusión de los gránulos resultantes fue de aproximadamente 65 g/10 minutos.

EJEMPLO 2

5. En una matriz anular de canal triple se extruyeron simultáneamente un homopolímero de propileno, y un copolímero aleatorio de propileno/buteno-1 conteniendo un 14% en peso de buteno-1 y obtenido según el ejemplo 1, para formar un tubo de polipropileno, cuyas superficies interior y exterior se recubrirán con una capa del copolímero de propileno/buteno-1.
10. El homopolímero de propileno contenía, como antioxidante, 0,1 % en peso de 1,3,5-tri-*tert*-butil-4-hidroxibencil)-2,4,6-trimetilbenceno.
15. El tubo de polipropileno recubierto se enfrió por paso sobre un mandril dentro del tubo y exteriormente se enfrió rápidamente por paso a través de un baño de agua que rodeaba el mandril, se calentó a la temperatura de estirado, se expandió por presión interna de gas y se retiró de la zona de expansión a una velocidad superior a la que se alimentaba la
20. misma, de manera que se estiraba el tubo a siete veces sus dimensiones originales tanto en la dirección de la extrusión como en dirección transversal a la misma, de manera que se estiraba el tubo a 7 veces sus dimensiones originales, tanto en la dirección de la extrusión como en una dirección transversal a la misma.
25. La película tubular estirada se abrió entonces para formar una película plana que posteriormente se termo-solidificó en un sistema de estricador, manteniéndose la película bajo tensión a una temperatura de 125°C durante 10 segundos,
30. aproximadamente, El espesor de cada capa de copolímero en ca



da superficie de la película resultante fue de 1 micra, teniendo el sustrato un espesor de unas 14 micras.

5. Para determinar la temperatura de umbral de termosellado, es decir, la temperatura más baja de termosellado a la que se obtiene una resistencia aceptable, se termosellaron una serie de muestras de la película recubierta de copolímero a temperaturas gradualmente crecientes utilizando un termocobrador, Sentinel, Modelo 12A3, determinandose las resistencias al termosellado, de las obturaciones resultantes, tal como se ha descrito anteriormente.

10. En la tabla siguiente se determinen las resistencias al termosellado obtenidas para diversas temperaturas de fusión de las mordazas. Estas obturaciones se efectuaron entre tiras de película colocadas de manera que las superficies del copolímero que formaban las superficies exterior del tubo extruido estuviesen en contacto mutuo.

| Temperatura de obturación de las mordazas. °C. | Resistencia al termosellado g/25 mm. |
|--|--------------------------------------|
| 90 | 0 |
| 100 | 300 |
| 110 | 540 |
| 120 | 520 |
| 130 | 460 |

25. Ejemplo 3
Se repitió el procedimiento del ejemplo 2, pero en vez de termosolidificar la película por medio de un sistema de estricador, se termoselló fijando una muestra de la película en un armazón para controlar su encogimiento, y colocando el armazón en una estufa de aire durante un periodo de 30



segundos. La temperatura de termosolidificación fue de 135°C, como en el ejemplo 2, pero la duración de la operación de termosolidificación fue de aproximadamente 3 veces la del ejemplo 2.

5. En la tabla siguiente se registran las resistencias del termosellado obtenido.

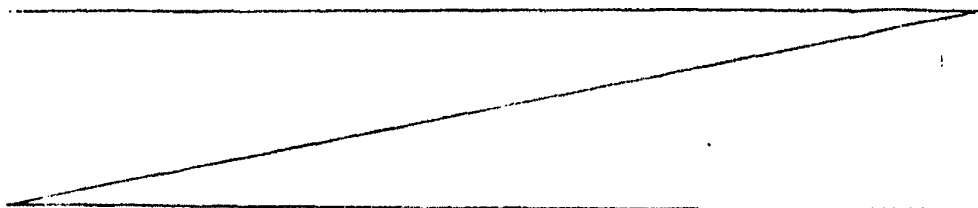
| Temperatura de obturación de las mordazas, °C. | Resistencia al termosellado g/25 mm. |
|--|--------------------------------------|
| 90 | 100 |
| 100 | 580 |
| 110 | 580 |
| 120 | 630 |
| 130 | 560 |

10. Estos resultados demuestran que se obtienen obturaciones de mayor resistencia a menores temperaturas de obturación, como resultado del aumento de la operación de termosolidificación.

EJEMPLO 4

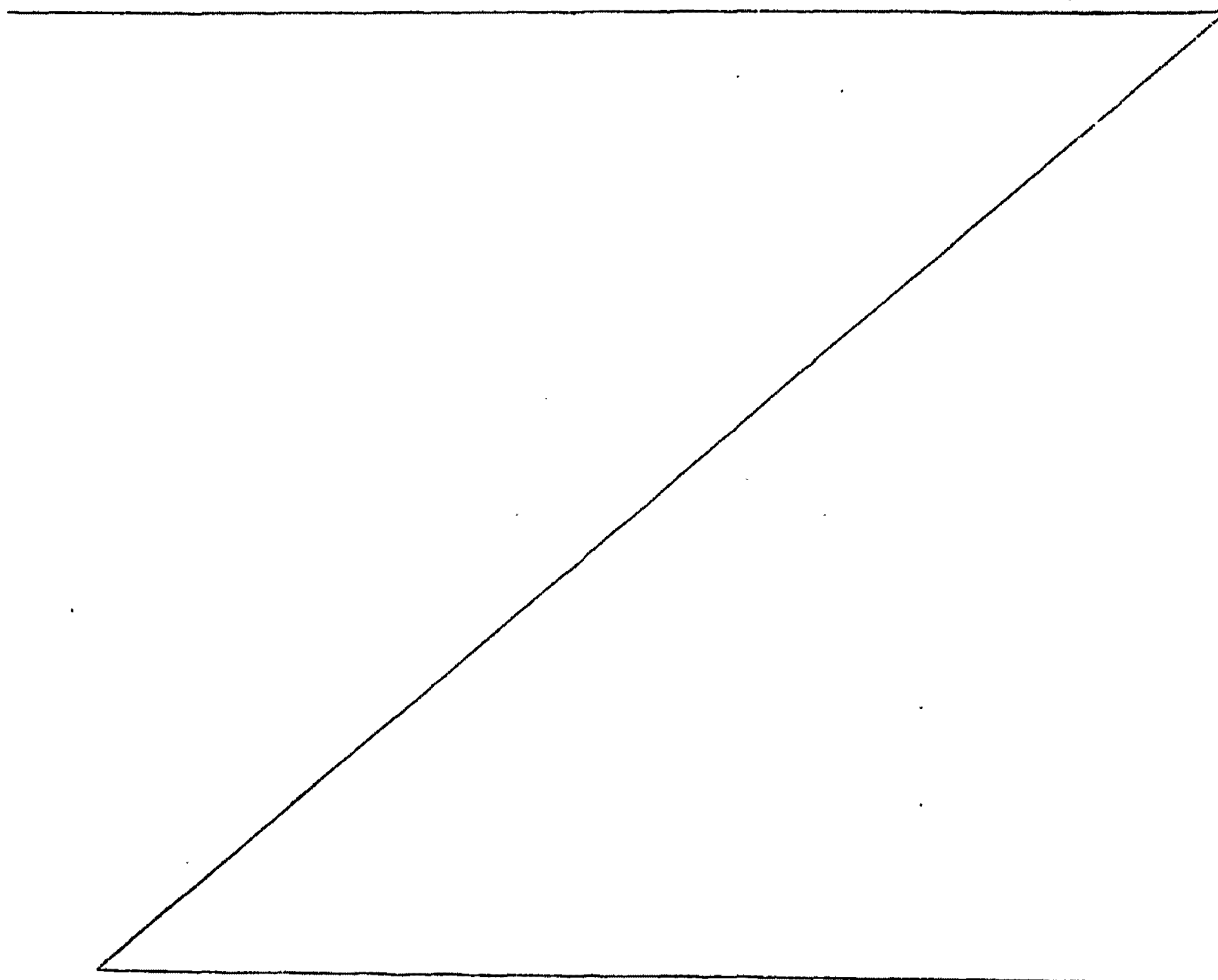
20. Para ilustrar el efecto de disminuir el contenido de buteno-1 en la capa de copolímero, se repitió el procedimiento del ejemplo 2 para preparar dos películas de capas múltiples, que tenían respectivamente una capa de copolímero de propileno, en la que el contenido de buteno-1 fue del 14% y el 11% en peso del copolímero.

25. Los resultados obtenidos fueron los siguientes:





| Temperatura de las mordazas de obturación °C. | Resistencia al termosellado | |
|---|-----------------------------|-----------------------------|
| | F/25 mm | |
| | Propileno/buteno-1 86:14 | Propileno/buteno-1 89:11 |
| 90 | 0 | 0 |
| 100 | 300 | 0 |
| 110 | 540 | 0 |
| 120 | 520 | 0 |
| 130 | 460 | 40 |
| 135 | 530 | 260 |
| 140 | 520 | 520 |





La disminución de la resistencia de la obturación, a una temperatura de obturación, al reducirse el contenido del buteno-1 del copolímero, es evidente por los resultados indicados. En efecto, la temperatura de umbral de obturación aumenta cuando disminuye el contenido de buteno-1.

5.

EJEMPLO 5

Para ilustrar el efecto del aumento de la temperatura de termosolidificación, se repitió el procedimiento del ejemplo 2, utilizándose una capa de copolímero que contenía un 89% en peso de propileno, y un 11% en peso de buteno-1. Las muestras de la película resultante se solidificaron en estirador a 135 y a 160°C, respectivamente. Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

10.

15.

| Temperatura de obturación de las mordazas °C. | Resistencia de la termoobturación | |
|--|-----------------------------------|----------------------------------|
| | Película termoendurecida a 135°C | Película termoendurecida a 160°C |
| 120 | 0 | 30 |
| 125 | 0 | 150 |
| 130 | 40 | 540 |
| 135 | 260 | 570 |
| 140 | 520 | - |

20.

25.

La mejora en la resistencia en la obturación, a una temperatura dada de obturación, obtenida termoendureciendo la película a temperatura superior, es evidente por los resultados anteriormente indicados.

EJEMPLO 6

30.

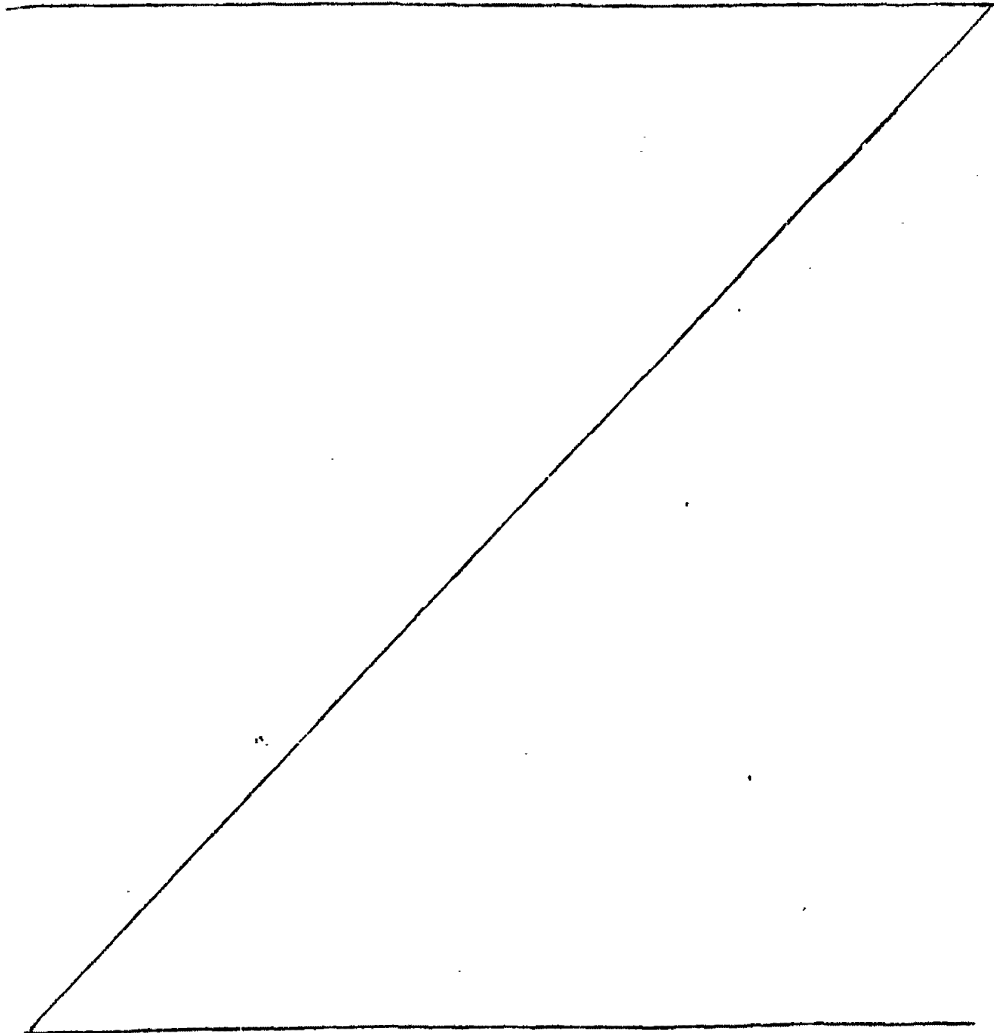
Para ilustrar la adhesión y resistencia a la adhesión

POOR QUALITY



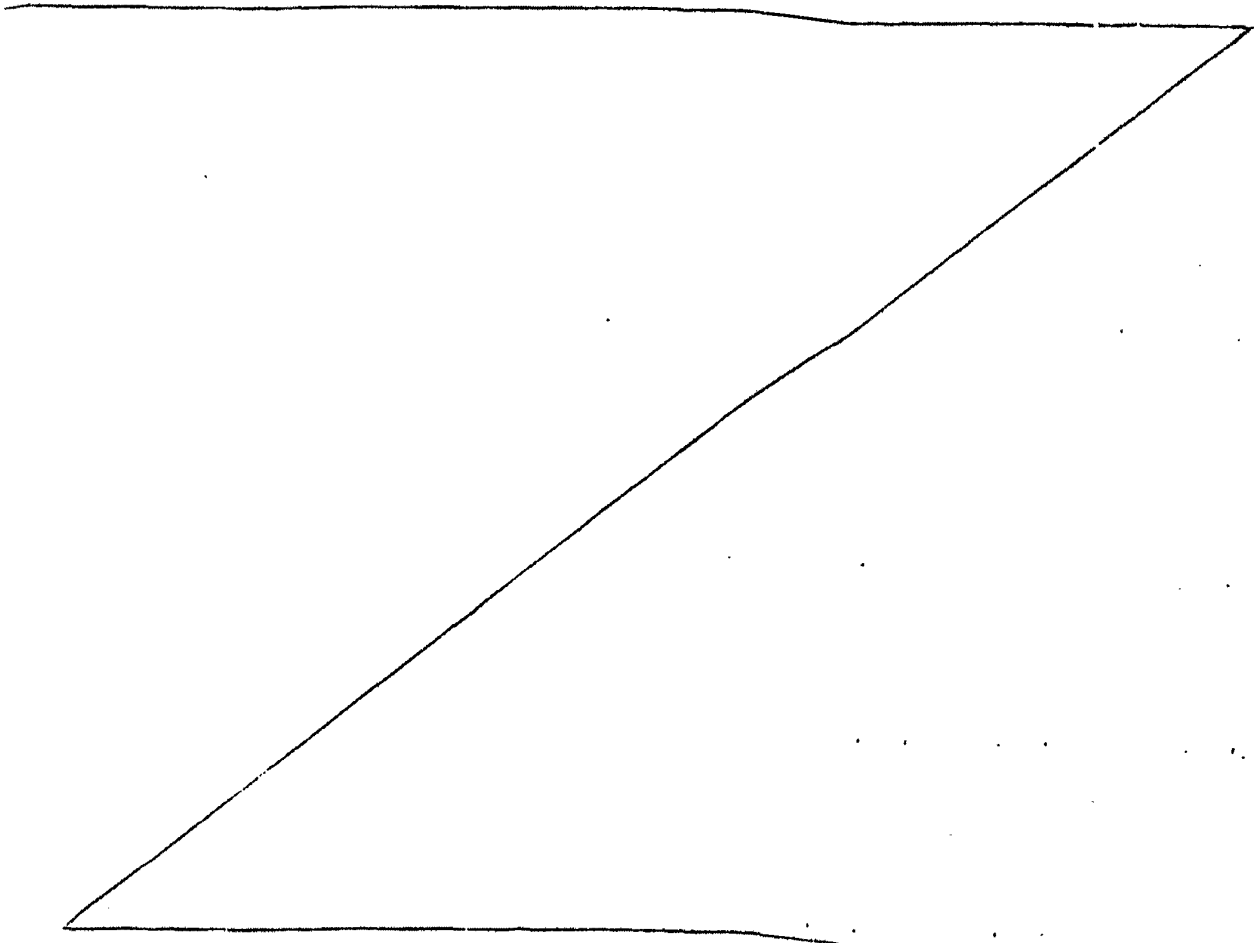
5. a las mordazas de películas de capas múltiples, según la presente invención, se aplicó por diversas técnicas, una capa de un copolímero conteniendo un 88% en peso de propileno y un 12% en peso de buteno-1 a una serie de películas de homopolímero de propileno. Las capas aplicadas tenían un espesor medio de una micra.

10. La adhesión de la capa de copolímero a la capa del sustrato y el grado de adhesión a las mordazas, se determinaron por los procedimientos de prueba que se han descrito anteriormente. Los resultados se indican en la tabla siguiente:





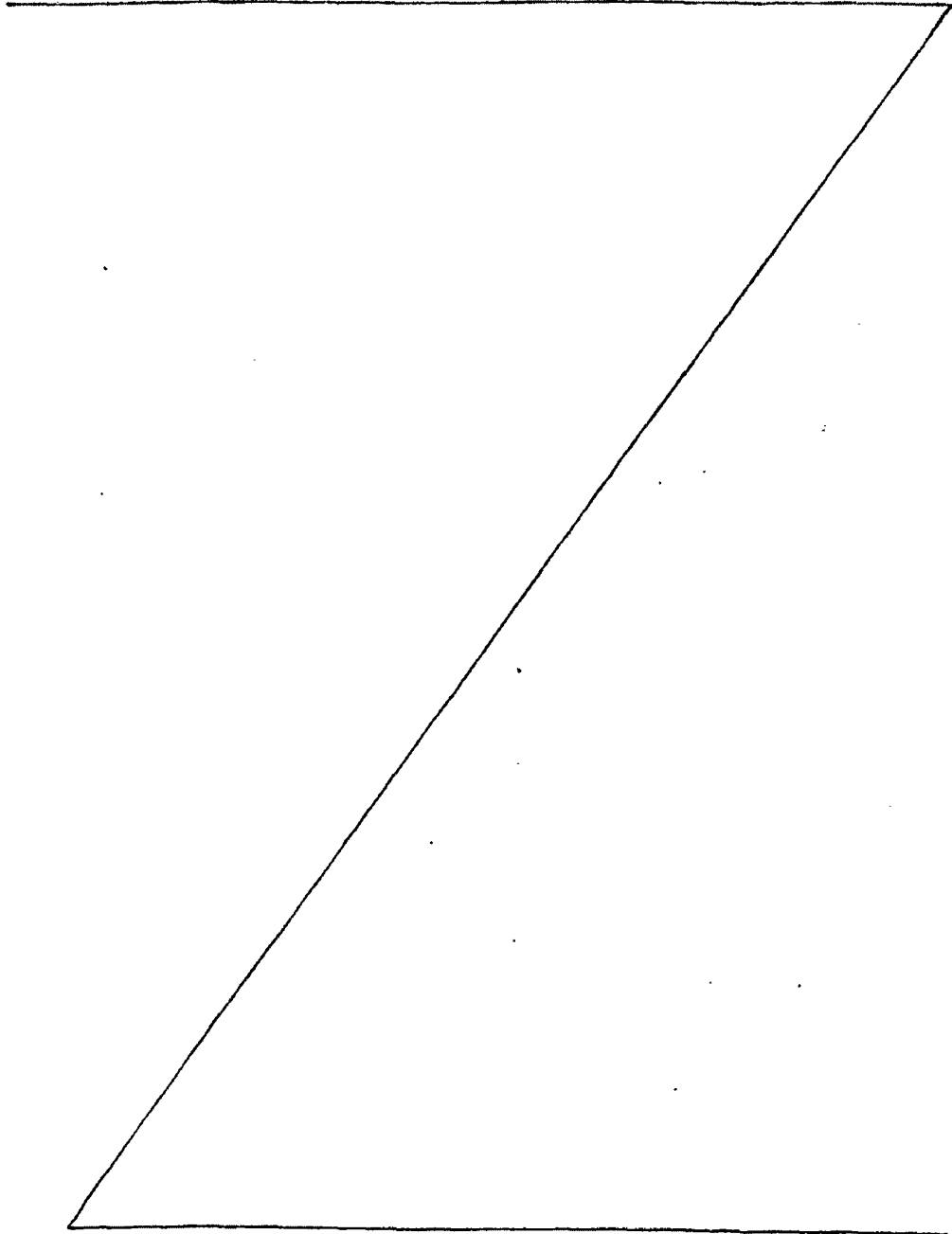
| Aplicación de la capa | Espesor del sustrato, micras | Adhesión g/cm | Grados de adhesión a las mordazas E/127 mm | Resistencia al termosellado |
|--------------------------------|------------------------------|----------------|--|-----------------------------|
| 2% en peso en tricloroetileno | 14 | sin separación | 0 | 200 |
| 10% en peso en tricloroetileno | 17 | 85 | 0 | 200 |
| 2% en peso en ciclohexano | 14 | sin separación | 0 | No se midió |
| fusión coextru <u>i</u> da | 18 | sin separación | 0 | 500 |





EJEMPLO 7

5. Este ejemplo ilustra la tendencia a la adhesión de las mordazas, tal como se ha descrito anteriormente, y una serie de materiales termosellables cada uno de ellos en forma de una capa de una micra de espesor sobre un sustrato de homopolímero de propileno de aproximadamente 14 micras de espesor.

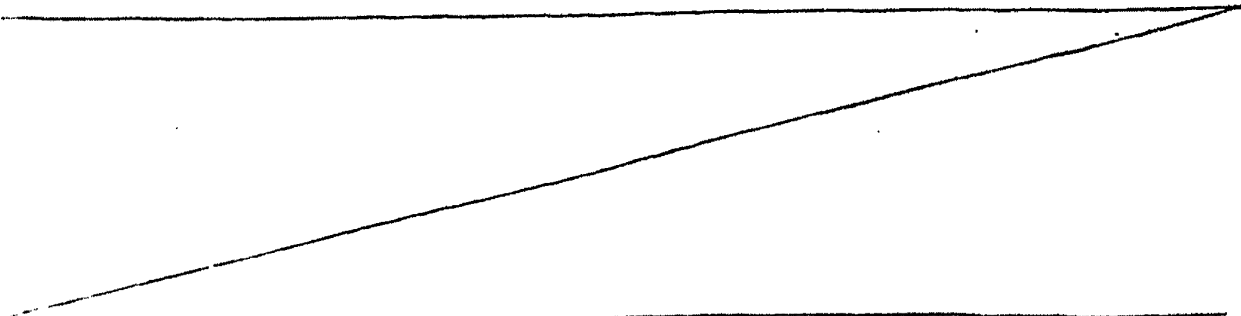




| Capa | | Grado de adhesión a las mordazas g/127 m.m. |
|--|--|--|
| Material | Aplicado como | |
| Poliétileno (densidad:0,96 g/cm ³) | fusión coextruida | 50 |
| Poliétileno dens.:0,93 g/cm ³ | fusión coextruida | 35 |
| Copolímero de propileno-buteno-1 a 50:50 en peso * | Solución al 10% (en pe so) en tricloroetileno | 40 |
| Copolímero de pro- pileno-buteno-1 al 75:25 (en peso) * | Solución al 10% (en pe so) en tricloroetileno | 10 |
| Copolímero de pro- pileno-buteno-1 al 60:12 (en peso) ** | Solución al 10% en pe- so en tricloroetileno | 0 |
| Copolímero de pro pileno-buteno-1 al 60:12 ** | fusión coextruida | 0 |

* Catalizado por tricloruro de titanio: dicloroetilaluminio: hexametil-
fosforamita en una proporción en peso de 1:0,79:0,72.

** La presente invención.





EJEMPLO 8

5. Se repitió el procedimiento del ejemplo 2, excepto que el copolímero de propileno/buteno-1 contenía un 12% en peso de buteno-1 y un 88% en peso de propileno, y que el term endurecimiento de la película se efectúa a 125°C en un term endurecedor de rodillo de superficie mate del tipo descrito en la patente británica nº 1.124.886. El sustrato de la película de homopolímero de propileno resultante de 25 micras de espesor tenía una capa de copolímero de propileno/buteno-1 de 10. 1 micra de espesor en cada superficie.

15. Muestras de la película fueron termoselladas en un termoobturador Sentinel, Modelo nº 12AS, con una temperatura de las mordazas de 140°C, una presión de las mismas de 15 l/p2 y un tiempo de cierre de las mordazas de 2 segundos. La resistencia al termosellado de las obturaciones resultantes se determinó, como se ha descrito anteriormente, utilizando una serie de muelles de tiras de acero ajustados a 10, 30, 60 y 100 gramos, respectivamente. En la tabla siguiente se dan los resultados obtenidos.

20. Tabla

| Ajuste de los muelles en gramos | Resistencia al termosellado (% de abertura) |
|------------------------------------|--|
| 10 | 100 |
| 30 | 100 |
| 60 | 100 |
| 100 | 100 |

25.

EJEMPLO 9

30. Se repitió el procedimiento del ejemplo 8 excepto que el espesor de la capa aplicada de copolímero fue de 0,7



micras. En la tabla siguiente se dan los resultados obtenidos

Tabla

5.

| Ajuste de los muelles en gramos | Resistencia al termosellado (% de abertura) |
|------------------------------------|--|
| 10 | - |
| 30 | 100 |
| 60 | 100 |
| 100 | 100 |

10.

EJEMPLO 10

Se repitió el procedimiento del ejemplo 8, excepto que el espesor de la capa aplicada de copolímero fue de 0,34 micras. Los resultados obtenidos se dan en la tabla siguiente:

15.

Tabla

| Ajuste de los muelles en gramos | Resistencia al termosellado (% de abertura) |
|------------------------------------|--|
| 10 | - |
| 30 | 20 |
| 60 | 70 |
| 100 | 100 |

20.

EJEMPLO 11

25.

Se repitió el procedimiento del ejemplo 8, excepto que el espesor de la capa aplicada de copolímero fue de 0,25 micras. Los resultados obtenidos se dan en la tabla siguiente:



Tabla

| Ajuste de los muelles en gramos | Resistencia al termosellado % de abertura |
|------------------------------------|--|
| 10 | - |
| 30 | 5 |
| 60 | 20 |
| 100 | 25 |

5.

EJEMPLO 12

Se repitió el procedimiento del ejemplo 8, excepto que el espesor de la capa de copolímero aplicada fue de 0,18 micras; los resultados obtenidos se registran en la siguiente tabla.

10.

Tabla

| Ajuste de los muelles en gramos | Resistencia al termosellado % de abertura |
|------------------------------------|--|
| 10 | - |
| 30 | 0 |
| 60 | 0 |
| 100 | 20 |

15.

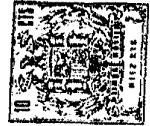
EJEMPLO 13

Se repitió el procedimiento del ejemplo 8, excepto que la superficie no formadora de obturación de la película de capas múltiples se sometió a un descargamiento de corona por medio de un oscilador de alta frecuencia Lepel, Modelo HFSG-6A, antes de la formación de la obturación. El espesor del copolímero fue de 1 micra. En la tabla siguiente se registran los resultados obtenidos.

20.

25.

30.



Tabla

5.

| Ajuste de los muelles en gramos | Resistencia al termosellado % de abertura |
|------------------------------------|--|
| 10 | 100 |
| 30 | 100 |
| 60 | 100 |
| 100 | 100 |

10.

EJEMPLO 14

Se repitió el procedimiento del ejemplo 13, excepto que el espesor de la capa aplicada de copolímero fue de 0,7 micras. En la tabla siguiente se registran los resultados obtenidos:

15.

Tabla

20.

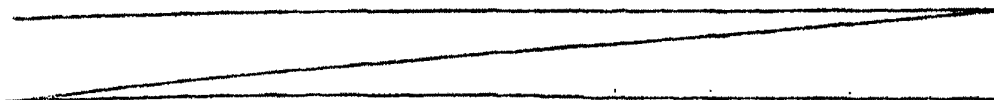
| Ajuste de los muelles en gramos | Resistencia al termosellado % de obturación |
|------------------------------------|--|
| 10 | 100 |
| 30 | 100 |
| 50 | 100 |
| 100 | 100 |

25.

EJEMPLO 15

Se repitió el procedimiento del ejemplo 14, excepto que el espesor de la capa aplicada de copolímero fue de 0,34 micras. En la tabla siguiente se registran los resultados obtenidos.

30.





Tabla

| | | |
|-----|---|--|
| | Ajuste de los muelles en gramos | Resistencia al termosellado % de obturación |
| 5. | 10 | 100 |
| | 30 | 100 |
| | 60 | 100 |
| | 100 | 100 |
| 10. | <p><u>EJEMPLO 16</u></p> <p>Se repitió el procedimiento del ejemplo 13, excepto que el espesor fue de 0,25 micras. En la tabla siguiente se registran los resultados.</p> <p style="text-align: center;"><u>Tabla</u></p> | |
| 15. | Ajuste de los muelles en gramos | Resistencia al termosellado % de obturación |
| | 10 | 100 |
| | 30 | 100 |
| 20. | 60 | 100 |
| | 100 | 100 |
| 25. | <p><u>EJEMPLO 17</u></p> <p>Se repitió el procedimiento del ejemplo 13, excepto que el espesor de la capa aplicada de copolímero fue de 0,18 micras. En la tabla siguiente se registran los resultados.</p> <p style="text-align: center;"><u>Tabla</u></p> | |
| 30. | Ajuste de los muelles en gramos | Resistencia al termosellado % de obturación |



| | |
|-----|-----|
| 10 | 0 |
| 30 | 0 |
| 60 | 65 |
| 100 | 100 |

5.

EJEMPLO 13

Se determinó la correlación entre la resistencia al termosellado medida por medio de la prueba de la tira de acero para suelas anteriormente descrita, y la obtenida en una máquina convencional de embalaje, utilizando una máquina de embalaje "formar y llenar" vertical Hansella, Modelo 1750, que actúa formando una sucesión de obturaciones rizadas horizontales de 14 mm de profundidad en una película tubular con un ancho en forma aplastada o "plana" de 125 mm. Las mordazas de ondulación tenían siempre 190 mm de ancho, 14 mm. de profundidad y 7 pies por cm. de ancho, siendo de 90° el ángulo incluido entre dientes adyacentes.

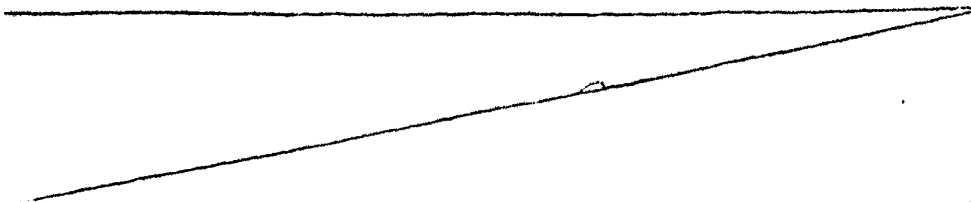
10.

15.

Utilizando cada vez las películas de los ejemplos 9 a 12, se formaron una serie de envases en la máquina Hansella a una velocidad de 66 envases por minuto, siendo el contenido cargado en cada envase de 200 gramos de caramelos toffees. La introducción de la cargas de toffees, tiende a alterar la termoobturación recién formada del envase en cuestión, y en la tabla siguiente se registra el porcentaje de aberturas de la obturación, tanto en el sentido de la anchura como de la profundidad.

20.

25.





Tabla

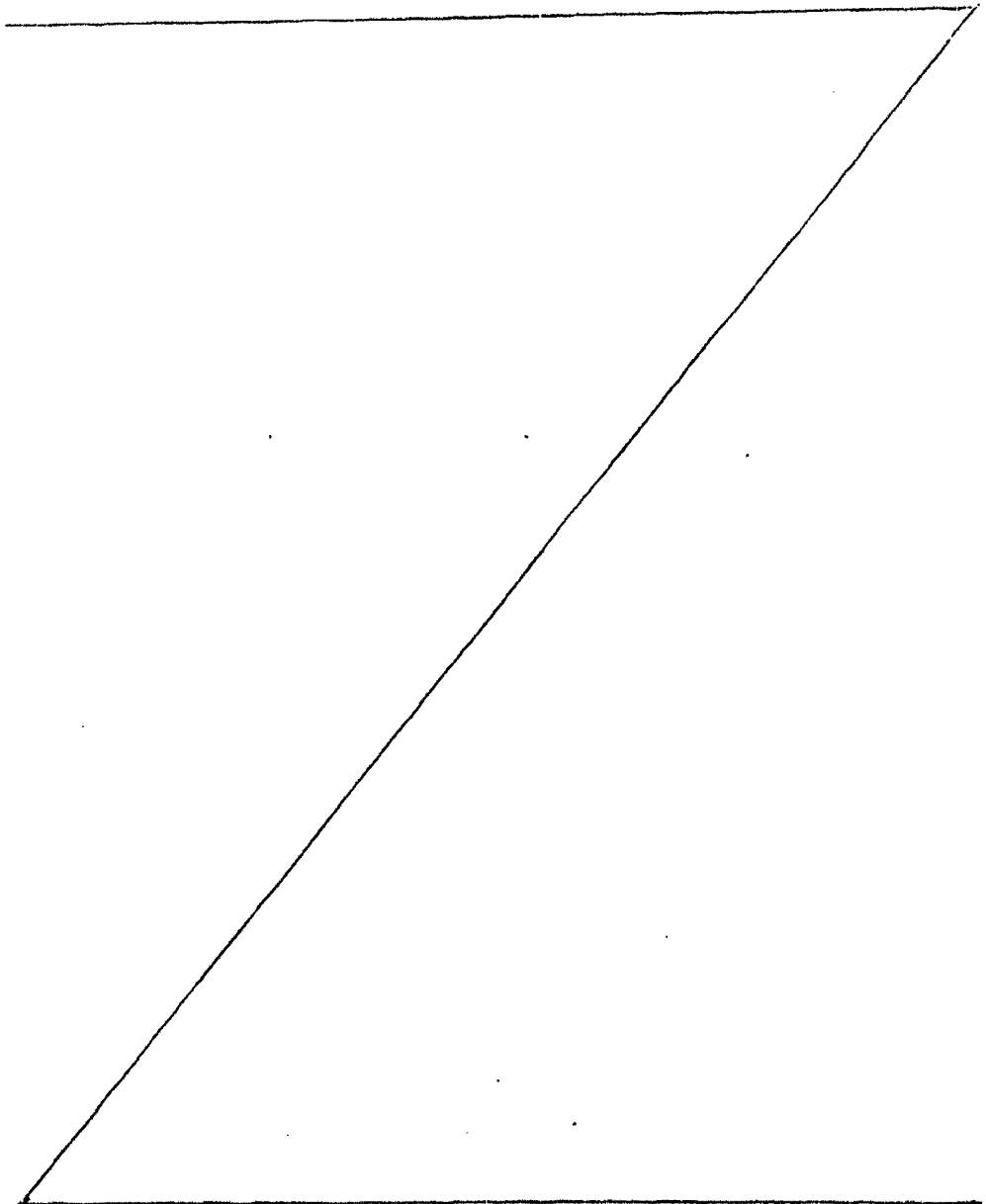
| Película del ejemplo N° | Espesor de la capa de copolímero (μm) | Resistencia del termosollado abertura de la obturación % | | | | | |
|-------------------------|--|--|-----|-----|------|----------|-------------|
| | | Ajuste del muelle | | | | Hansella | |
| | | 10g | 30g | 60g | 100g | Altura | Profundidad |
| 9 | 0,70 | - | 100 | 100 | 100 | 90 | 60 |
| 10 | 0,34 | - | 20 | 70 | 100 | 70 | 35 |
| 11 | 0,25 | - | 5 | 20 | 25 | 45 | 10 |
| 12 | 0,18 | - | 0 | 0 | 20 | 40 | 10 |

**POOR
QUALITY**



EJEMPLO 19

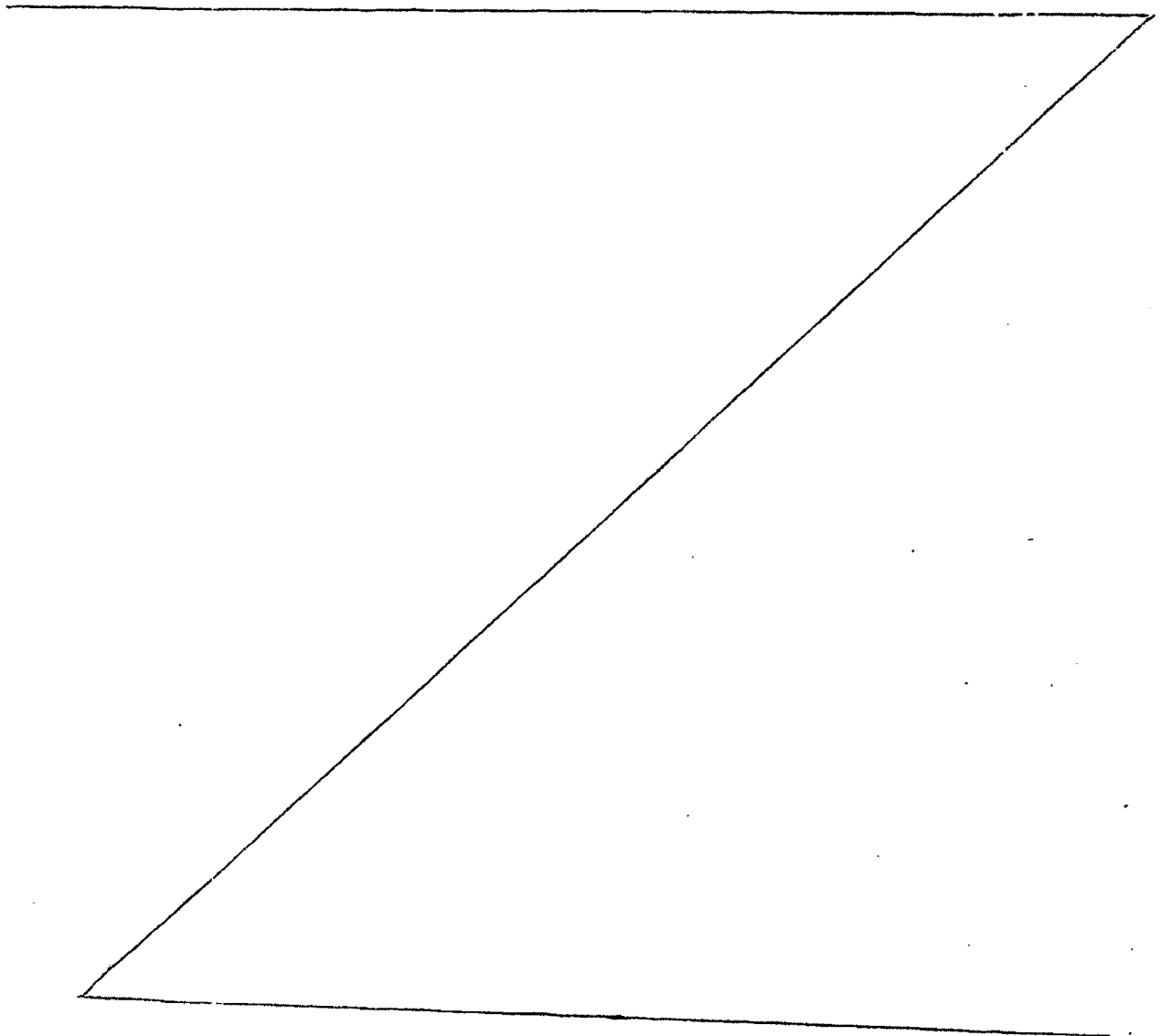
Se repitió el procedimiento del ejemplo 19, utilizando cada vez la película de los ejemplos 14 a 17, formando los envases en la máquina Hansella 1750 a una velocidad de 50 por minuto. En la tabla adjunta se ilustra la correlación entre la prueba de resistencia al termosellado por muelle de acero y los resultados obtenidos con la máquina envasadora Hansella.





Tabla

| Película del ejemplo 1* | Espesor de la capa de copolímero (μ a) | Resistencia del termosellado | | | | | |
|-------------------------|---|------------------------------|-----|-----|------|----------|-------------|
| | | abertura de la obturación % | | | | | |
| | | Ajuste del muelle | | | | Hansella | |
| | | 10g | 30g | 60g | 100g | Altura | Profundidad |
| 14 | 0,70 | 100 | 100 | 100 | 100 | 90 | 60 |
| 15 | 0,34 | 100 | 100 | 100 | 100 | 70 | 55 |
| 16 | 0,25 | 100 | 100 | 100 | 100 | 85 | 55 |
| 17 | 0,18 | 0 | 0 | 65 | 100 | 20 | 10 |

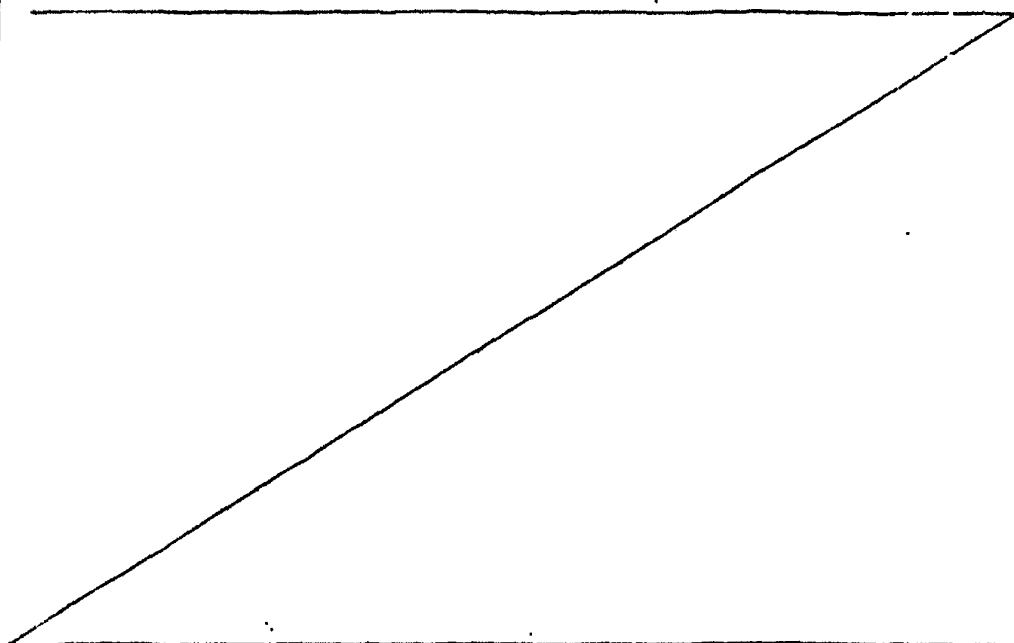


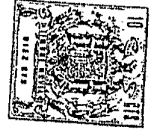


EJEMPLOS 20 AL 24

5. Para ilustrar el efecto en la resistencia del termosellado de la reducción de la temperatura en la que se forma la obturación, se repitió el procedimiento de los ejemplos 8 a 12, en una serie de muestras de un sustrato de homopolímero de propileno de 25 micras de espesor con una capa de copolímero de propileno/buteno-1 (88:12 en peso) disminuyendo progresivamente el espesor de la capa de copolímero en toda la serie, como se muestra en la capa adjunta. La temperatura de la mordaza de la termoobturadora Sentinel, fue de 130°C, en comparación con los 140°C de los ejemplos 8 a 12, y la resistencia al termosellado de las obturaciones resultantes se determinó por la prueba de la tira de muelle, descrita anteriormente.

10. Además, se midió la resistencia del termosellado (a la temperatura ambiente) de obturaciones formadas a diferentes temperaturas de obturación de las mordazas por la técnica del dinamómetro, anteriormente descrita. En la tabla siguiente se registran los resultados.





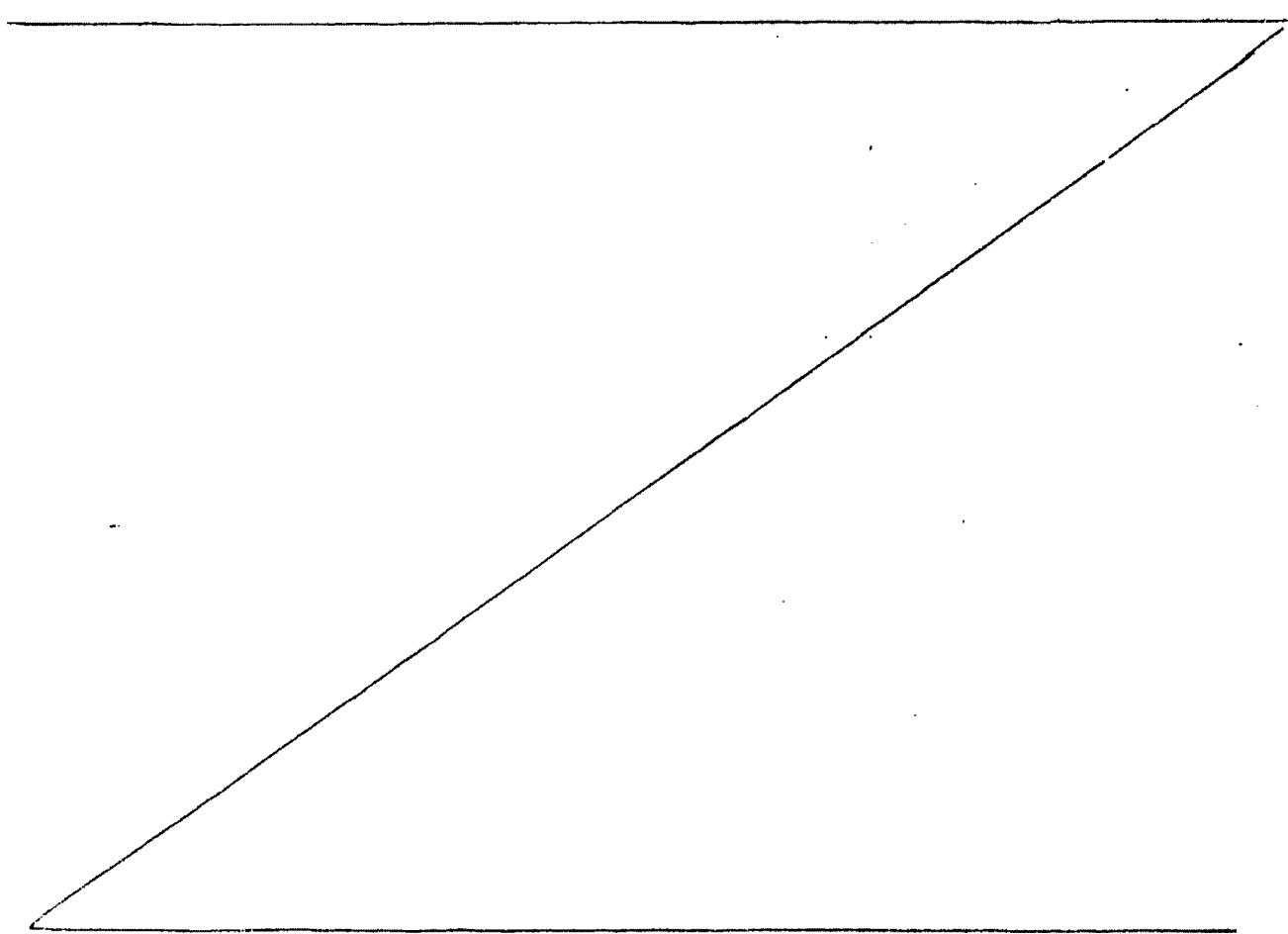
Tabla

| Nº del | Espesor de la capa de copolímero (μm) | Resistencia del termosellado % de abertura | | | Resistencia del sellado en frío g/25 mm | | |
|--------|--|--|-----|------|---|-----|-----|
| | | Resistencia del muelle | | | A | B | C |
| | | 30g | 60g | 100g | | | |
| 20 | 0,70 | 100 | 100 | 100 | 230 | 300 | 450 |
| 21 | 0,34 | 85 | 85 | 100 | 350 | 460 | 510 |
| 22 | 0,25 | 0 | 35 | 40 | 250 | 300 | 300 |
| 23 | 0,18 | 0 | 35 | 20 | 150 | 275 | 350 |
| 24 | 0,17 | 0 | 20 | 20 | 250 | 300 | 530 |

A = temperatura de obturación de las mordazas 110°C.

B = temperatura de obturación de las mordazas 120°C.

C = temperatura de obturación de las mordazas 130°C.

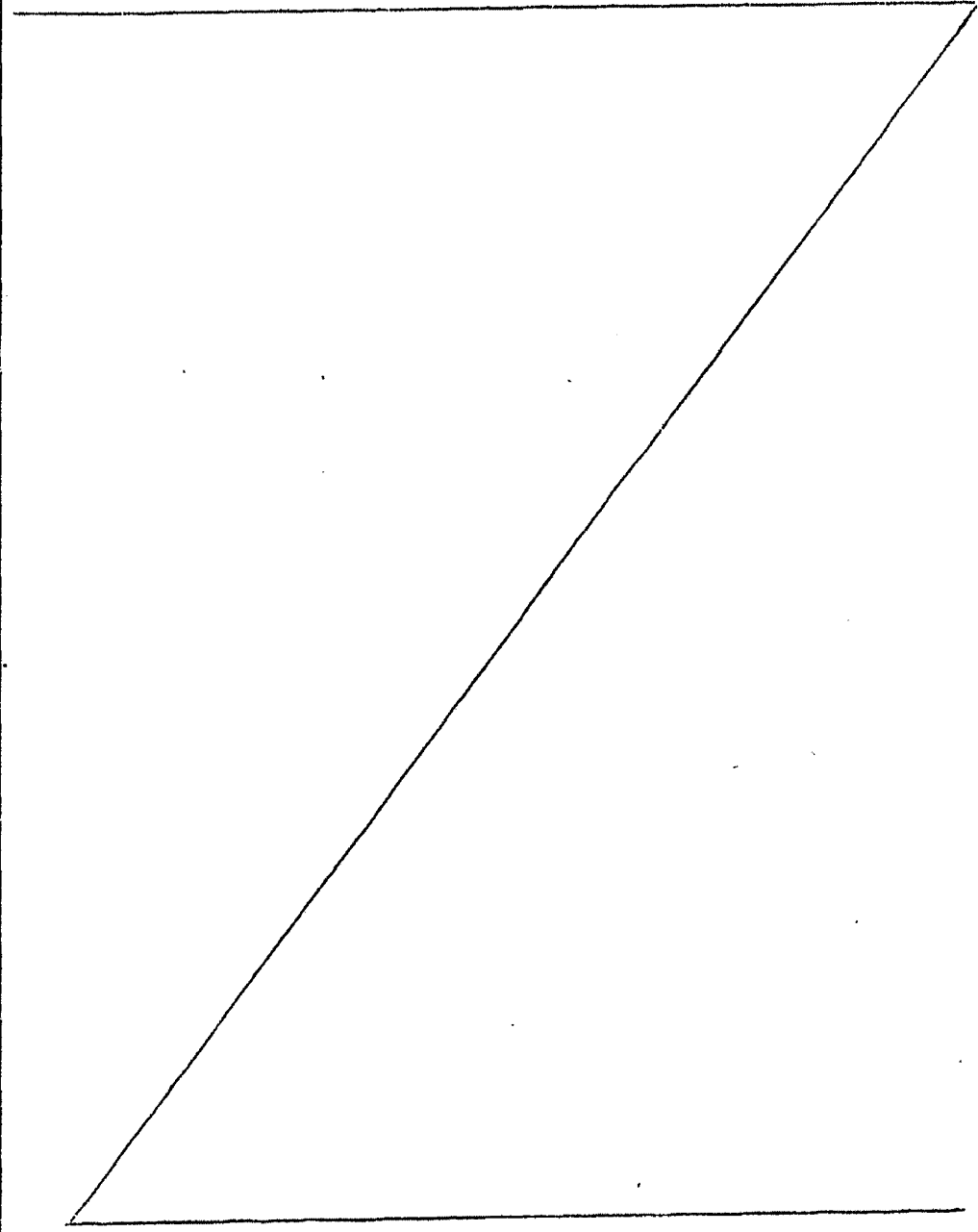


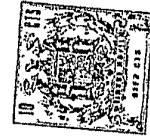


EJEMPLOS 25 A 29

Se repitió el procedimiento de los ejemplos 20 a 24 excepto que el espesor del sustrato de polipropileno fue de 20 micras, en vez de 25 micras, y que hubo diferencias menores en el espesor de las capas aplicadas de copolímero. La tabla siguiente registra los resultados obtenidos.

5.

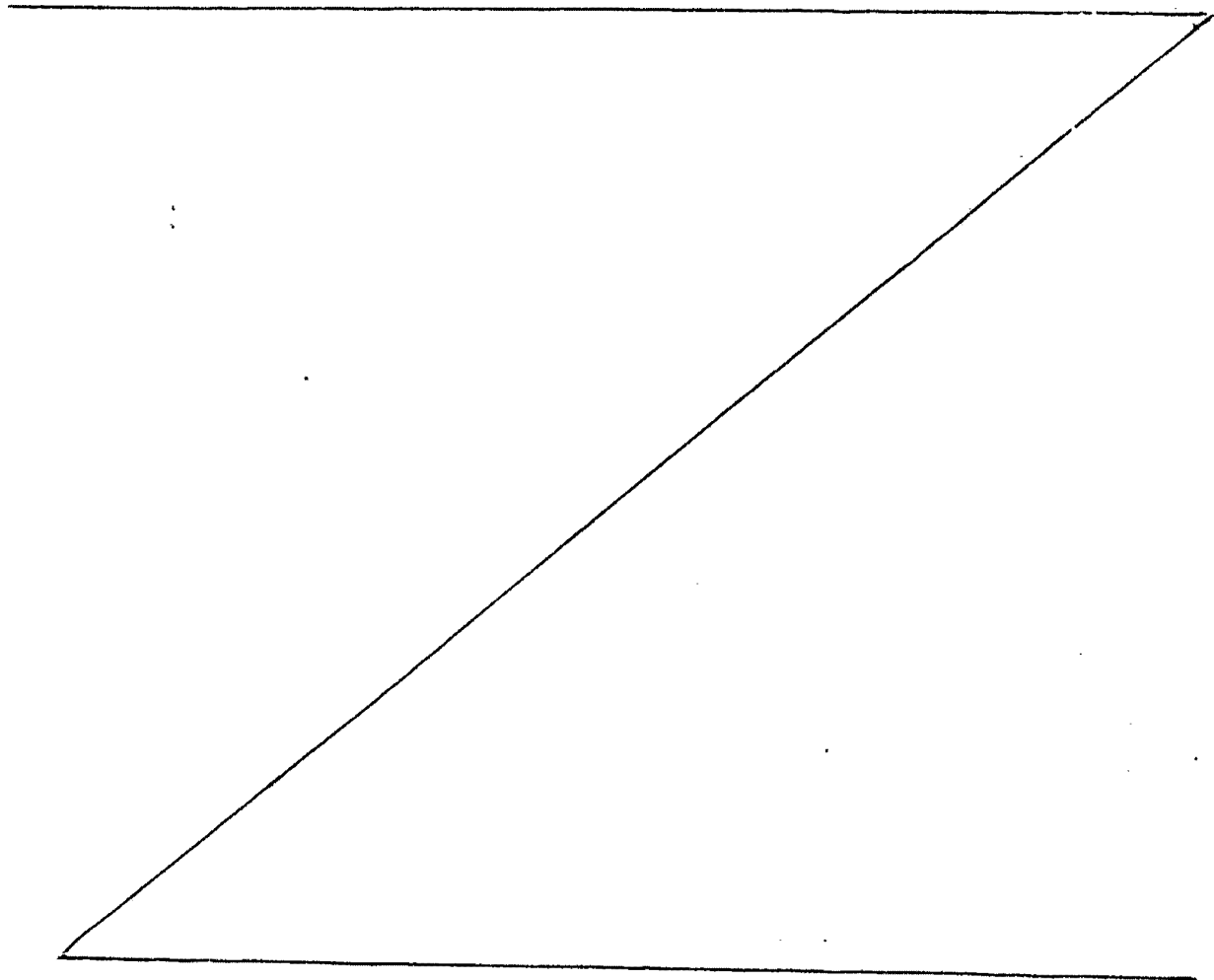




Tabla

| Nº del ejemplo | Espesor de la capa de copolímero (μm) | Resistencia del termosellado * % de abertura | | | Resistencia del sellado en frío *** g/25 mm |
|----------------|--|--|-----|------|--|
| | | Resistencia del muelle | | | |
| | | 40g | 60g | 100g | |
| 25 | 0,86 | 100 | 100 | 100 | 415 |
| 26 | 0,51 | 40 | 100 | 85 | 415 |
| 27 | 0,46 | 10 | 20 | 25 | 450 |
| 28 | 0,25 | 0 | 0 | 15 | 210 |
| 29 | 0,16 | 100 | 100 | 100 | 50 |

* / *** Temperatura de obturación de las mordazas 130°C.





EJEMPLOS 30 A 34

Se repitió el procedimiento de los ejemplos 25 a 29 excepto que se elevó la temperatura de obturación de las mordazas de 130 a 140°C. En la tabla siguiente se registran los resultados obtenidos.

5.

Tabla

10.

| Ejemplo nº | Espesor de la capa de copolímero (µm) | Resistencia del termosellado % de la abertura | | |
|------------|---------------------------------------|---|-----|------|
| | | Fuerza de los muelles | | |
| | | 40g | 60g | 100g |
| 30 | 0,86 | 15 | 30 | 40 |
| 31 | 0,51 | 10 | 50 | 40 |
| 32 | 0,46 | 5 | 15 | 35 |
| 15. 33 | 0,25 | 0 | 0 | 15 |
| 34 | 0,16 | 5 | 15 | 15 |

15.

NOTA

20.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra número 13995/74 de 29 de marzo de 1974, que fue completada el 11 de noviembre de 1974, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita PATENTE DE INVEN-
CION por 20 años en España sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PRO

25.

30.



DUCCION DE UNA PELICULA DE CAPAS MULTIPLES, caracterizandose por lo siguiente:

5. 1.- Procedimiento para la producción de una película de capas múltiples, caracterizado porque comprende formar una capa sustrato de un polímero o copolímero de una alfa-olefina cuya molécula contiene de 2 a 6 átomos de carbono; aplicar a por lo menos una de las superficies del sustrato una capa de un copolímero de propileno y otra alfa-olefina, cuya molécula contiene de 4 a 10 átomos de carbono, siendo el contenido en propileno del copolímero de 80 a 95% en peso del copolímero y
10. siendo de 35 a 65% el grado de cristalinidad del copolímero de propileno, antes de la incorporación en la película de capas múltiples.
15. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende coextruir la capa sustrato y la capa o capas de copolímero de propileno.
20. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el copolímero de propileno se aplica en una cantidad suficiente para proporcionar una capa de polímero de un espesor no superior a 0,5 micras sobre el sustrato de la película.
25. 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la capa de copolímero sobre el sustrato, comprende un copolímero de propileno y buteno-1.
30. 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el contenido en buteno-1 de la capa de copolímero de propileno, es de 10 a 15% en peso de la capa de copolímero.
- 6.- Procedimiento para la producción de una película

129



de capas múltiples, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria, y en los dibujos adjuntos.

Esta memoria consta de cuarenta y nueve hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 24 MAYO 1975

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

S. A. INDUSTRIAS QUÍMICAS Y MODET
P. P. Firmado: L. García Fernández

2
MAYO 1975

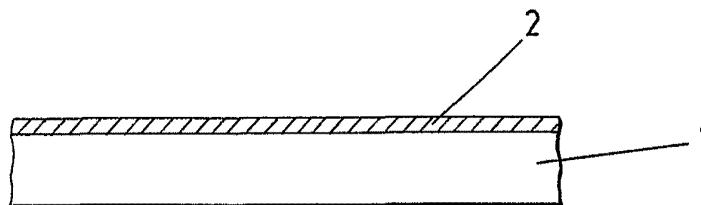


FIG. 1

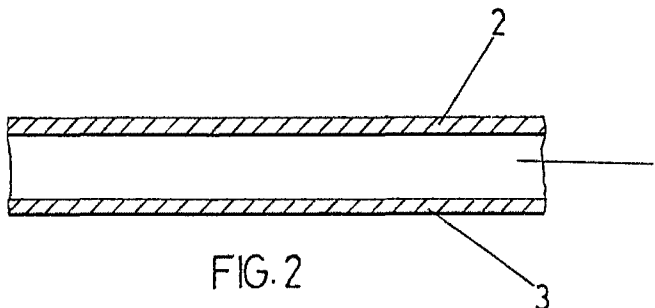


FIG. 2

ESCALA
VARIABLE

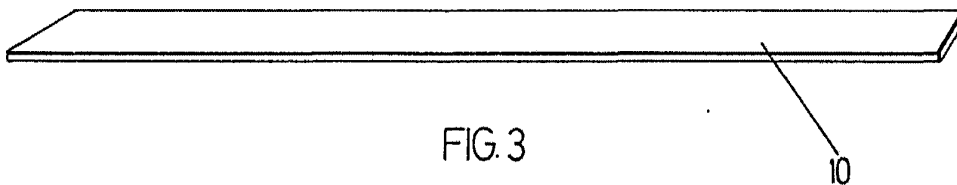


FIG. 3

24 MAYO 1975

Madrid
I. GOMEZ ACEVEDO Y NOBET
p. Firmador: L. Goeta Fernández

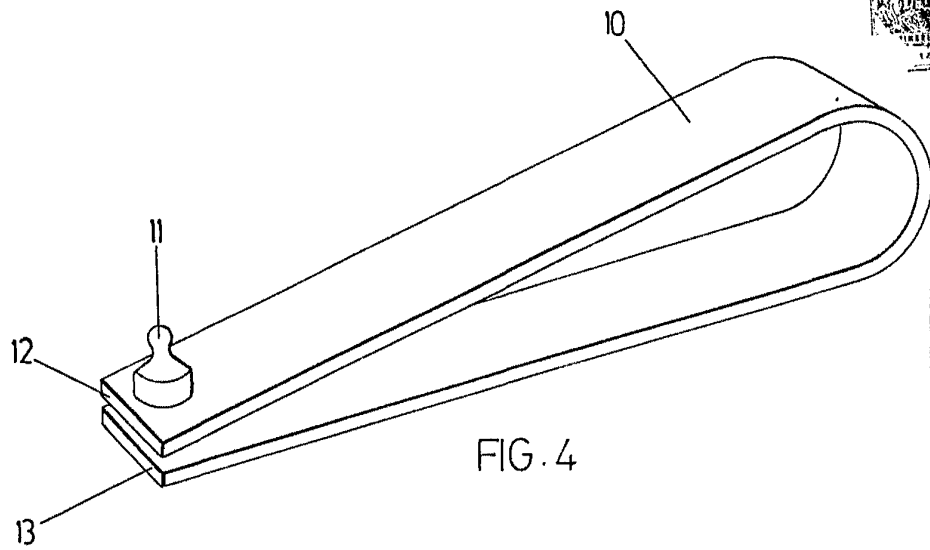


FIG. 4

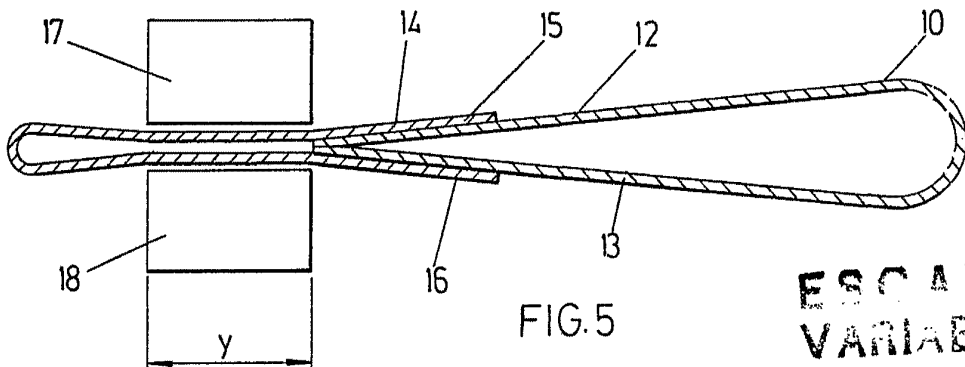


FIG. 5

ESCALA VARIABLE

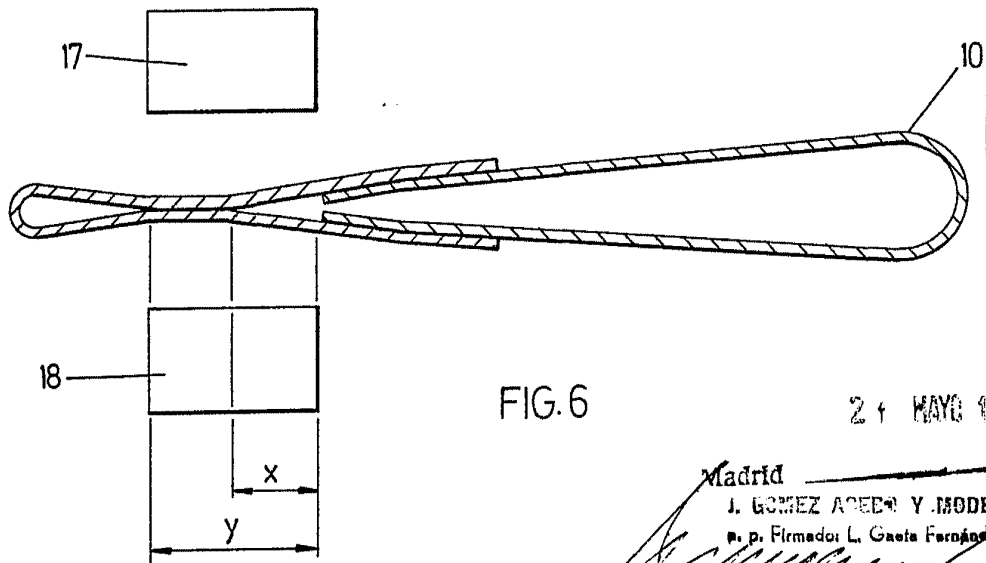


FIG. 6

21 MAYO 1975

Madrid
J. GOMEZ ACEBO Y MODET
P. P. Firmador L. Gaeta Fernández