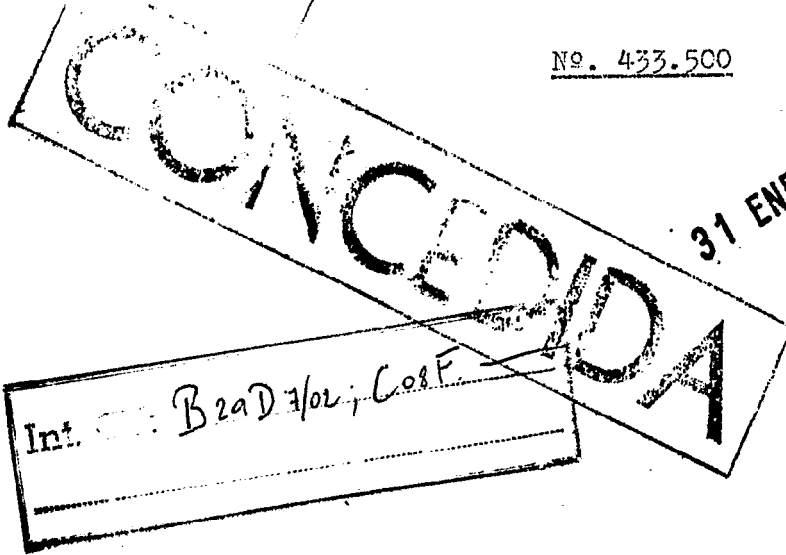


Nº. 433.500



31 ENE. 1977.

MEMORIA DESCRIPTIVA  
correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY  
Domicilio: WILMINGTON, Delaware, Estados Unidos  
Enunciado: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION  
DE UN FILME SOLUBLE EN AGUA FRIA"  
Prioridades: de las solicitudes de patente esta-  
dounidenses  
Nº 430.554 del 3 de Enero 1974; y  
Nº 525.446 del 20 de Noviembre 1974.

RK.

**POOR  
QUALITY**



1        exposición del usuario y su ambiente inmediato al producto  
químico. La apertura de un paquete de material finamente di-  
vidido, la medida de una cantidad del material y la transfe-  
5        rencia de la cantidad medida desde el paquete al equipo don-  
de el material se pone en contacto con el agua, puede gene-  
rar polvo transportado por el aire que entra en contacto con  
el usuario y contamina el área. Un polvo pesticida puede ser  
irritante para los ojos y las membranas mucosas de la nariz  
y de la garganta del usuario. Un polvo herbicida puede dañar  
10        a las plantas de la zona donde se abren los paquetes. Los pol-  
vos finos de pigmentos o carbón activo presentan graves pro-  
blemas de limpieza.

El segundo problema en el uso de los productos quími-  
cos pulverulentos comunes es la precisión de la medida. Eviden-  
15        temente, una sobrecarga de materiales caros es costosa. El uso  
de una solución diluida de un herbicida no controla apropiada-  
mente la especie vegetal indeseable. El uso de una solución  
demasiado concentrada del mismo material puede dañar a algunas  
plantas interesantes al mismo tiempo que a la maleza indesea-  
20        ble. Con frecuencia es extraordinariamente difícil medir con  
precisión materiales que se han compactado y/o apelmazado y  
transferir los materiales pulverulentos en zonas expuestas al  
viento.

Finalmente, después de que ha sido utilizado el pro-  
25        ducto químico, el usuario se enfrenta con el problema de eli-

1 minar el envase en el que se ha suministrado el producto. Pue-  
de contener cantidades residuales de un material que consti-  
tuye un problema de contaminación, potencialmente peligroso  
para los seres humanos, dañino para las plantas y animales o  
5 simplemente desagradable y de mal aspecto.

Los filmes y embalajes solubles en agua actualmente en  
el mercado presentan una o más de las siguientes deficiencias:

(a) Muchos filmes que están caracterizados como solu-  
bles en agua se disuelven lentamente o incompletamente en agua  
10 fría, dando lugar a la formación de partículas de gel. Estas  
partículas suelen depositarse sobre las paredes de la vasija,  
las tuberías, las bombas y las válvulas y restringen o impi-  
den el paso a través de tamices y boquillas. Los filmes extrui-  
bles por fusión de esta invención son rápidos y completamente  
15 solubles en agua a una temperatura tan baja como 4°C y no fer-  
man partículas de gel de polímero sin disolver o parcialmente  
disuelto.

(b) Muchas de las composiciones utilizadas en la prepa-  
ración de estos filmes poseen propiedades físicas tales que  
20 para la manufactura de filmes se requiere un equipo transfor-  
mador grande, costoso, tecnológicamente complejo y gran consu-  
midor de energía, por ejemplo la colada con disolventes (o co-  
lada a cuchilla o banda). Un procedimiento típico de colada  
con disolvente consiste en disolver la composición en un di-  
25 solvente adecuado (v.g. agua), pulverizar o verter y extender

1 la composición sobre una correa móvil, secar la composición,  
generalmente por evaporación del disolvente en exceso, arran-  
car el filme seco de la correa móvil y después cortarlo o con-  
figurarlo en la forma deseada. La complejidad tecnológica de  
5 este procedimiento es evidente por sí misma. También es igual-  
mente claro que el equipo del proceso que realiza tantas ope-  
raciones será grande y costoso. Sin embargo, teniendo en cuen-  
ta los precios de coste y las disponibilidades actuales de ener-  
gía, todavía es quizá más significativo el que una operación  
10 del proceso que implica el secado por evaporación de grandes  
cantidades de agua requiere el consumo de enormes cantidades  
de energía.

Mejor que estos métodos de preparación es la extrusión  
por fusión. El equipo del proceso de extrusión por fusión, en  
15 comparación con el equipo utilizado en la colada con agua, es  
extraordinariamente pequeño, económico, tecnológicamente sen-  
cillo y consume muy poca energía.

(c) Muchos filmes solubles en agua de la técnica ante-  
rior presentan propiedades físicas que hacen que el filme no  
20 sea adecuado para uso en el embalaje de cantidades de mate-  
riales pulverulentos comprendidas entre 0,5 y 10 libras (227 g  
y 4,540 kg) (v.g. resistencia límite, resistencia al desgarrar-  
miento, tenacidad, flexibilidad). Estos filmes tampoco son  
adecuados para uso en la maquinaria automática de embalaje.

25 (d) Los constituyentes de muchos de los filmes de emba-

1           lajas solubles en agua actualmente existentes son numerosos,  
dificiles de obtener y/o caros.

          (e) Entre los ejemplos de las técnicas anteriores  
se encuentran la patente japonesa nº 28.588/69, la patente  
5           estadounidense 3.374.195 y su divisional 3.413.229 y la pa-  
tente británica 1.330.745.

          La patente japonesa indica que puede prepararse un  
filme soluble en agua y extruible por fusión a partir de un  
alcohol polivinílico con una viscosidad de 18 cps  $\pm$  2 y uno  
10           cualquiera de numerosos polioles. Se indican algunas restric-  
ciones sobre la temperatura de estirado y fusión. Estos filmes  
incluyen muchos que no son rápidamente solubles en agua, mu-  
chos que exudan durante la extrusión por fusión y muchos que  
no son adecuados como filmes de embalajes solubles en agua.

15           La patente estadounidense 3.374.195 describe un filme  
colado acuoso que es soluble en agua caliente o fría. El fil-  
me está constituido por PVA y una combinación de dos plastifi-  
cantes, que son un polietilenglicol de peso molecular 200-600  
e hidroxipropilglicerina. Esta patente no dice que la composi-  
20           ción sea extruible por fusión y no indica que la hidroxipro-  
pilglicerina sea un coplastificante necesario.

          La patente británica describe un filme colado acuoso  
que es soluble en agua caliente o fría. El filme está cons-  
25           tituido por PVA y una combinación de polivinilpirrolidona  
y un plastificante opcional. Esta patente no indica que la

1 composición sea extruible por fusión y no señala a la polivinilpirrolidona como un constituyente necesario.

#### COMPENDIO DE LA INVENCION

5 Se ha encontrado que las composiciones constituidas esencialmente por 5-20 partes en peso de un polietilenglicol, con un peso molecular promedio de 325-550 aproximadamente y 100 partes en peso de un alcohol polivinílico que está hidrolizado al 85-90 % y tiene una viscosidad de 3-10 cps, medida en una solución acuosa al 4 % a 20°C, son adecuadas para la preparación, por procedimientos convencionales de extrusión por fusión, de filmes de 0,5-10 mils (0,0127-0,254 mm) de espesor de la misma composición, que son rápida y completamente solubles en agua fría y que son adecuados para uso como filme de embalaje en el equipo embalador automático.

15 Las composiciones adecuadas pueden prepararse a partir de alcohol polivinílico y polietilenglicol comerciales, que son ambos relativamente baratos.

20 Los filmes pueden ser utilizados para embalar materiales pulverulentos. El embalaje de filme que contiene el material pulverulento puede ser directamente agregado al agua, eliminando así los problemas de contacto con el usuario, medida exacta y eliminación del envase.

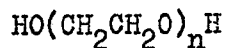
25 Los filmes también pasan los ensayos normalizados descritos en la memoria.

1                    DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

En el sentido utilizado aquí, el término "filme" significa una estructura de una sola capa y excluye los estratificados. Solamente es adecuado el alcohol polivinílico de bajo peso molecular (viscosidad de unos 3-10 cps medida en una solución acuosa al 4 % a 20°C por el método de caída de bola de Hoeppler, ASTM-D 1343-56, Parte 8, 1958, pág. 486). Los alcoholes polivinílicos de peso molecular medio o alto producen filmes que no pueden extruirse en la práctica y/o fallan por lo menos uno de los ensayos normalizados. Además, el alcohol polivinílico solo debe estar parcialmente hidrolizado hasta un grado de 85-90 %. El alcohol polivinílico puede ser preparado a partir de poli(acetato de vinilo) por hidrólisis en la que los grupos acetato son sustituidos por grupos hidroxilo en el porcentaje deseado.

En lo que se refiere a los glicoles, solamente es adecuado el polietilenglicol con un peso molecular promedio comprendido entre 325 y 550 aproximadamente. El uso de polietilenglicoles de pesos moleculares más altos o más bajos, como los PEG 300 y PEG 600 comerciales, da lugar a composiciones que fallan uno o más de los ensayos normalizados. Análogamente, empleando glicoles como etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, polipropilenglicol y glicerol también se obtienen composiciones que no son satisfactorias.

1                    Para caracterizar el polietilenglicol que ha de  
ser utilizado en las composiciones y filmes de esta in-  
vención, un medio alternativo de identificación es el  
grado promedio de polimerización. Es decir, para caracte-  
5                    rizar un polietilenglicol de fórmula:



n es el grado de polimerización. Ya se caracterice o no el  
polietilenglicol por el peso molecular promedio o  
por el grado de polimerización, cuando se especifica un pe-  
10                    so molecular o un grado de polimerización particular, se  
incluyen los materiales que son predominantemente, pero no  
necesariamente por completo, del peso molecular promedio  
especificado o del grado de polimerización especificado.  
Por ejemplo, puede haber presentes pequeñas cantidades de  
15                    materiales de peso molecular más bajo y más alto. Una dis-  
tribución típica de pesos moleculares de los polietilengli-  
coles está indicada para un Carbowax<sup>®</sup> 400 de la Union Car-  
bide en el boletín "Carbowax Polyethylene Glycols", pág.  
20                    22, F-4772G, 1/72-10 M. Los polietilenglicoles con unos gra-  
dos promedios de polimerización de 7-12 son adecuados para  
las composiciones de esta invención.

Es imperativa una dosificación apropiada de los  
dos componentes. El uso de menos de 5 partes en peso del  
25                    polietilenglicol por cada 100 partes del alcohol polivinil-

1 lico parcialmente hidrolizado da lugar a una composi-  
ción que ya no es rápidamente soluble en agua fría, que  
tiende a la lentitud en la extrusión por fusión y que  
5 suel ser frágil en forme de filme. El uso de más de 20  
partes en peso del polietilenglicol por cada 100 partes  
del alcohol polivinílico parcialmente hidrolizado  
da lugar a una composición que tiene una velocidad  
de extrusión adecuada pero que presenta un grado inaccepta-  
10 ble de exudación, es decir, el polietilenglicol es  
por lo menos parcialmente rechazado por el alcohol polivi-  
nílico, dando lugar a un revestimiento viscoso del filme.

Estos filmes pueden ser preparados en cantida-  
15 des comerciales utilizando un aparato convencional  
de extrusión por fusión como el comúnmente utilizado en la  
preparación de filmes de polietileno, polipropileno o poli-  
(cloruro de vinilo). La nueva composición de esta  
invención en forma de polvos, gránulos esféricos o  
20 cilíndricos se funde, se extruye a través de  
una ranura o corona circular, se enfría con aire y después  
se estira y/o se sopla para formar un filme  
delgado. Este estirado puede comunicar orienta-  
25 ción al filme.

1 Realizaciones preferidas

Las plastificantes más preferidos debido a su disponibilidad comercial son los polietilenglicoles con un peso molecular promedio de 380 a 420, por ejemplo Carbowax<sup>®</sup> 400 - Union Carbide, New York, New York. Otros polietilenglicoles que se creen equivalentes al Carbowax<sup>®</sup> 400 son el Poly G<sup>®</sup> 400 - Olin Chemicals, Stamford, Connecticut, y Gafanol<sup>®</sup> E400 - GAF Corporation, New York, New York.

10 El alcohol polivinílico preferido tendrá un grado promedio de hidrólisis de 87,7-89,7 % y una viscosidad de 4-6 cps medida en una solución acuosa al 4 % a 20°C, siendo el más preferido el producto comercial Elvanol<sup>®</sup> 51-05 - E.I. Du Pont de Nemours and Company, Wilmington, Delaware. Otros alcoholes polivinílicos que se creen equivalentes al Elvanol<sup>®</sup> 51-05 son el Gohsenol<sup>®</sup> GL-05 - Nippon Gohsei y Celvatol<sup>®</sup> 20-30 - Monsanto.

20 Las cantidades relativas preferidas de los dos constituyentes primarios están comprendidas entre 12 y 17 partes en peso (pep) del polietilenglicol en 100 pep del alcohol polivinílico, siendo la realización más preferida la que emplea 15 pep del PEG por cada 100 pep del PVA.

25 Pueden incorporarse, antes o después de la extrusión, pequeñas cantidades (iguales o menores de 5 pep sobre 100 pep de PVA; preferiblemente 0,5-1 pep) de los cuadyuvantes comúnmente utilizados en los filmes de celulosa, vinilo o poliole-

1 fina, tales como agentes de desmoldeo, agentes de antibloqueo  
y agentes deslizantes, siempre que no sean apreciablemente per-  
judicadas la solubilidad en agua u otras propiedades fundamen-  
tales del filme resultante. Por ejemplo, la tela puede ser es-  
5 polvoreada con talco durante el arrollamiento antes del alma-  
cenamiento o embalado. Es preferible incluir en la composición,  
antes de la extrusión, los siguientes materiales. Pueden emplear  
se cargas inorgánicas como arcillas, sílice (v.g. Cab-O-Sil<sup>®</sup>  
L-5 (0,05 micras) o M-5 (0,012 micras) Cabot Corp., Boston,  
10 Mass.), alúmina, silicatos como silicato sódico o polisilicato  
de litio (Polysilicate<sup>®</sup> 85 - E.I. Du Pont de Nemours and Com-  
pany, Wilmington, Del.). Los materiales orgánicos útiles son,  
entre otros: (1) ácidos, alcoholes, amidas o sales grasos de ca-  
dena larga (v.g. ácido esteárico, alcohol estearílico, erucami-  
15 da, estearato magnésico), (2) ceras, (3) polietilenglicol de ba-  
jo peso molecular parcialmente oxidado (v.g. XI-223 - American  
Hoechst) y (4) siliconas (v.g. dimetilsiliconas).

Además, pueden incluirse ventajosamente, como coplasti-  
ficantes, pequeñas cantidades de polímeros solubles en agua que  
20 son parcialmente compatibles con los alcoholes polivinílicos de  
esta invención (tales como óxidos de polietileno con un peso mo-  
lecular promedio igual o mayor de 600), siempre que el polímero  
parcialmente compatible no constituya más de 2 pep sobre 100  
25 pep de PVA. Son ejemplos de estos polímeros parcialmente com-  
patibles los polietilenglicoles o los óxidos de polietileno

1 con peso moleculares promedio de 600 como mínimo y los polipropi-  
lenglicoles y los copolímeros de poli(óxido de propileno/óxido  
de etileno) de un peso molecular promedio de 400 como mínimo.  
Los más preferidos son los óxidos de polietileno con un peso mo-  
5 lecular promedio comprendido entre 500.000 y 1.000.000.

Además, la humedad atmosférica actúa como coplastifi-  
cante que endurece el filme. En el procedimiento de prepara-  
ción de los filmes de esta invención por extrusión por fusión,  
las temperaturas de operación del equipo son la causa de que  
10 en el filme, tal como se forma al principio, no haya nada de  
agua o haya poca. Sin embargo, a medida que el filme abandona  
el aparato de extrusión, se pone en contacto y entra en equili-  
brio con la atmósfera ambiente que comúnmente contiene del 25 al  
70 % de humedad relativa. El contenido preferido de humedad  
15 del filme, calculado sobre el peso seco, antes de cortar en  
tiras es de 4-5 %; para el filme acabado para el embalaje se  
prefiere un contenido del 5-7 %. El intervalo preferido de hu-  
medades relativas para el embalaje automático es de 25 a 65 %  
y todavía mejor de 35 a 55 %.

20 Los filmes de esta invención se preparan preferiblemen-  
te por extrusión por soplado, que es especialmente útil ya que  
puede conseguirse una orientación biaxial durante este proceso  
de estirado. La orientación comunica resistencia al filme (v.g.  
resistencia al impacto y al desgarramiento).

25 Los filmes de esta invención son rápida y completamen-

1 te solubles en agua fría (menos de un minuto por mil (0,025 mm)  
de espesor), es decir, en agua tan fría como 40°F (4°C), como  
la que se utiliza en aplicaciones agrícolas a gran escala en  
primavera u otoño. Naturalmente, en agua más caliente, aumenta  
5 la velocidad de disolución. Estos filmes son de gran utilidad  
en lo que se refiere a su capacidad de ser trabajados en el  
equipo automático de embalaje y a la manipulabilidad de los  
envases llenos. Los filmes extruídos son especialmente útiles  
para el embalaje de productos pulverulentos en las líneas de  
10 embalaje convencionales, v.g. máquinas verticales de fabricar  
y llenar donde se producen paquetes en forma de almohadas se-  
llados térmicamente.

Los filmes de embalaje solubles en agua fría de esta  
invención son especialmente útiles para embalar materiales pul-  
15 verulentos, en polvo fino, nocivos, irritantes y/o tóxicos que  
deben ser dispersados, suspendidos o disueltos en agua o en  
disolventes mixtos, uno de los cuales es el agua. Por esta ra-  
zón, el filme es especialmente adecuado para el embalaje de  
productos químicos agrícolas. Los filmes de esta invención  
20 también pueden ser utilizados en el embalaje de sustancias  
líquidas, como preparados agrícolas líquidos que tienen que  
ser dispersados en agua y son a base de aceites e hidrocarbu-  
ros no miscibles con agua ni con polietilenglicol, tales como  
ciclohexano, aceite mineral y queroseno. Son ejemplos de ma-  
25 teriales que pueden embalsarse adecuadamente en cantidades pre-

1 viamente medidas en los envases fabricados con los filmes de  
esta invención los pesticidas (como insecticidas, herbicidas,  
nematocidas y fungicidas), los productos limpiadores (como de-  
5 tergentes para el lavado de la ropa, blanqueantes y productos  
cáusticos), los productos químicos de procesos (como cataliza-  
dores para polimerizaciones, negro de humo, carbón activo, pig-  
mentos y colorantes), productos alimenticios y aditivos para  
alimentos. Otras aplicaciones son la preparación de cantidades  
previamente medidas de materiales incompatibles como harina y  
10 aceite, los fungicidas benomil y maneb y similares, en envases  
separados de filmes solubles en agua y la envoltura de estos en-  
vases separados en un solo material de embalaje a prueba de hu-  
medad. Cuando se utilizan, los envases separados solubles en  
agua que contienen las cantidades previamente medidas de aditi-  
15 vo o producto químico se agregan simultáneamente al líquido en  
el equipo mezclador adecuado, evitando así la reacción o la mez-  
cla prematuras y eliminando posibles fuentes de errores de me-  
dida.

20 Con objeto de proteger el envase soluble en agua duran-  
te el almacenamiento, transporte y manipulación, debe emplearse  
una envoltura a prueba de humedad para evitar los daños causados  
por la humedad atmosférica tales como unas condiciones de gran  
humedad, lluvia y rocío y para evitar el contacto accidental  
con el agua por salpicaduras o por las manos mojadas. Esta en-  
25 voltura a prueba de humedad puede emplearse en envases individua

1 les o en grupos de envases, según sea lo más adecuado para  
cada caso individual. Pueden emplearse cajas de cartón imper-  
meabilizadas. Naturalmente, una vez que se ha retirado la envol-  
tura, los envases solubles deben ser protegidos del contacto  
5 con el agua o deben ser utilizados rápidamente.

Los materiales adecuados para la envoltura son los fil-  
mes de poliolefina como polietileno o polipropileno, papel  
Kraft impermeabilizado con polietileno, celofán impermeabiliza-  
do, glasina, láminas metálicas, poliéster, poli(cloruro de vi-  
10 nilo), poli(cloruro de vinilideno) y combinaciones de estos ma-  
teriales formando estratificados. La elección de la envoltura  
viene dictada por el precio de coste y por las resistencias  
requeridas.

Así, las composiciones de esta invención presentan la  
15 siguiente combinación de propiedades: (1) fácilmente transfor-  
madas por procedimientos convencionales de extrusión por fu-  
sión en un filme sin necesidad de agua y sin exudación coneo-  
mitante; (2) los filmes extruídos por fusión (a) pueden ser  
orientados durante la extrusión para obtener grados variables  
20 de tenacidad, (b) son rápida y completamente solubles en agua  
fría y (c) son adecuados para uso en el equipo automático de  
embalaje.

Los siguientes ejemplos y procedimientos de ensayo  
ilustran mejor esta invención. Todas las partes y porcentajes  
25 se dan en peso salvo indicación en contrario (pep = partes en

1 peso).

Ensayos normalizados

I. Compatibilidad de los constituyentes de la composición

5 Este ensayo se destina a determinar la exudación del plastificante de un filme en condiciones ambientales (es decir, 25°C, 25-70 % de humedad relativa).

Este ensayo se realiza convenientemente en un filme que haya sido extruído por fusión o haya sido colado en solución como sigue:

10 Se agitan aproximadamente 30 g de una solución acuosa de reserva (10-40 %) del alcohol polivinílico deseado con la cantidad deseada del plastificante puro a la temperatura ambiente, con un agitador de disco de gran velocidad, hasta que la mezcla es visualmente homogénea. Puede utilizarse un  
15 breve calentamiento con vapor de agua para favorecer la mezcla. La solución colada resultante se vierte en una placa de Lucite <sup>(R)</sup> de 1,91 cm y se extiende con una cuchilla fija que tiene un espacio libre tal que puede arrancarse de la placa un filme de 1-2 mils (0,0254-0,0508mm) después de secar durante  
20 la noche en las condiciones ambientales.

La exudación alcanzan un nivel indeseable cuando es evidente una capa de plastificante por inspección visual del filme después de enjugar su superficie con una torunda de algodón.  
25

1      II. Velocidad de disolución en agua fría

Cada uno de los siguientes ensayos se realiza sobre un filme que ha sido previamente equilibrado a una humedad relativa del 25-70 % durante 24 horas aproximadamente.

5      A. Velocidad de disolución en agua fría en un tanque rociador

En general, este ensayo simula las condiciones de un tanque en el campo. El envase de pesticida se deja caer en agua fría con suave agitación y se dispersa el pesticida. La dispersión (o solución) acuosa resultante se bombea a través de un fino tamiz. Después el tamiz se rocía rápidamente con una fina niebla de una solución que produce un colorante y se inspecciona para determinar la presencia de geles o trozos residuales de filme.

15      En particular, un tanque rociador de acero, de 18,9 litros de capacidad (30,5 cm de diámetro por 55,9 cm de altura) se aísla y se llena con agua corriente y después se enfría a 4°C. El agua se hace circular a una velocidad de aproximadamente 1 galón/minuto (3,78 l/minuto) a través de una válvula  
20      situada en el fondo del tanque, a través de una bomba centrífuga (Eastern Industries, Modelo D6, tipo 215, 1550 rpm, 1-3 amperios, 1/30 HP) volviendo a la parte superior del tanque. Se deja caer en el tanque un "paquete en forma de almohada" sellado térmicamente, preparado a partir del filme sometido  
25      a ensayo y conteniendo un pesticida pulverulento. Inmediata-

1 mente se pone en marcha un cronómetro y se observan el "tiem-  
po de rotura" (que se produce cuando el agua entra por prime-  
ra vez en el paquete en forma de almohada y se pone en contac-  
to con el pesticida) y el "tiempo de liberación" (que ocurre  
5 cuando el pesticida comienza a dispersarse y separarse de los  
residuos del paquete - generalmente el pesticida cae separán-  
dose del paquete flotante).

Se mueve a 300 rpm un agitador de palotas de acero  
(7,62 cm de anchura x 1,91 cm de altura x 0,32 cm de espesor).  
10 Cada minuto se mide el gel en una muestra de la corriente que  
entra en el tanque haciéndola pasar a través de un tamiz de 50  
mallas (apertura 0,297 mm, diámetro del alambre 0,215 mm) sus-  
pendido inmediatamente encima del tanque. Tan pronto como esta  
inspección revela que ya no queda gel, se registra el tiempo.  
15 Se considera que este tiempo es una indicación válida de una  
disolución completa si, vaciando inmediatamente todo  
el contenido del tanque a través del tamiz y desarrollando el ta-  
miz rociándolo con una solución acuosa saturada de azul FD and  
C nº 1, no se encuentra nada de gel. La ausencia de gel cuando  
20 toda la operación se termina dentro de los 10 minutos se consi-  
dera satisfactoria.

B. Velocidad de disolución en agua fría de un disco de  
filme

25 Este es un ensayo rápido de laboratorio que simula el  
ensayo de velocidad de disolución en agua fría en un tanque re-

1       ciador descrito con detalle anteriormente. Las dimensiones  
de un disco de 3,18 cm de diámetro de un filme de 1-2 mils  
(0,0254-0,0508 mm) de espesor se miden con una precisión de  
0,1 mils (0,00254 mm) utilizando un micrómetro. Sobre el dis-  
5       co de filme se coloca una arandela de goma, formada perforan-  
do un agujero de 2,54 cm de diámetro en un disco de goma de  
3,49 cm de diámetro y 0,16 cm de espesor, y se utilizan dos  
anillos metálicos planos, de los que el más pequeño tiene un  
agujero de 2,54 cm de diámetro, como bastidor para sujetar  
10       fuertemente el disco. El bastidor con el filme montado en él  
se coloca sobre un pequeño trípode y sobre el disco de filme  
se coloca un perdigón de plomo de 2,00 -2,38 mm de diámetro.  
Este mecanismo completo se descende hasta un vaso de precipi-  
tados de 1 litro (el trípode tiene la mitad de altura que el  
15       vaso) conteniendo 900 ml de agua corriente a 4°C e inmediatamen-  
te se pone en marcha un cronómetro. Se registra el "tiempo de  
caída" (cuando el perdigón rompe el disco de filme) y se pone  
en marcha una barra agitadora magnética de 5,08 cm que se man-  
tiene a 75 rpm. Tan pronto como el examen visual revela que  
20       ya no queda gel ni trozos de filme, se registra el tiempo. Se  
considera que este tiempo es una indicación válida de disolu-  
ción completa si, vertiendo inmediatamente la solución a tra-  
vés de un tamiz y desarrollando como en el ensayo del tanque  
rociador, no se encuentra gel. La velocidad de disolución fi-  
25       nal se registra en minutos/mil (0,0254 mm) para la disolución

1 total. Los valores inferiores o iguales a 1 minuto/mil se  
consideran satisfactorios.

### III. Capacidad de extrusión por fusión

5 A. El instrumento experimental utilizado en este en-  
sayo es un plastómetro (modelo C, F.F. Slocomb Corp., Wilming-  
ton, Delaware) provisto de un orificio de 0,8 cm de longitud  
y 0,20 cm de diámetro. El pistón y el peso ascienden a 100 y  
4900 g, respectivamente.

10 En el tambor, previamente calentado a 210°C, se car-  
ga de 0,5 a 1 g de la composición de filme, convenientemente  
en forma de tiras de filme (filme colado acuoso del Ensayo I)  
y se empuja manualmente el pistón para compactar el filme.  
También pueden utilizarse composiciones granuladas o grancea-  
das pero se requieren unos tiempos de precalentamiento más pro-  
longados. Con un tapón de Teflon<sup>®</sup> colocado contra el orifi-  
cio, la composición de filme bajo ensayo se deja precalentar  
15 durante unos 7 minutos. Se retira el tapón y se coloca el pe-  
so sobre el pistón. Cuando comienza a extruir una barra de po-  
límico fundido, se corta con una espátula y se pone en marcha  
simultáneamente un cronómetro de segundos.  
20

Se recoge la barra recién salida en una placa de ace-  
ro inoxidable pulimentada, colocada a 7,62 cm por debajo del  
orificio hasta que disminuye visualmente la velocidad o hasta  
que transcurren 4 minutos. Se corta la barra y se detiene el  
25 cronómetro. Se pesa el extruido y se calcula un "índice de ex-

1        trusionabilidad" en gramos por cada 10 minutos.

          Durante la recogida, se observa la exudación o el des-  
prendimiento de gases. En el extruido se examina la exudación  
o alguna fractura de fusión sobre su superficie, la transpa-  
5        rencia, el color, la tenacidad y las burbujas. La exudación  
o la volatilización también pueden ponerse de manifiesto por  
la aparición de una niebla de plastificante sobre la placa de  
acero.

          Las composiciones que presentan un índice de extrusio-  
10        nabilidad superior a 1 y que son transparentes, lisas, tena-  
ces (evidenciado doblando la barra sobre sí misma sin rotura),  
no contienen burbujas y no exudan, se consideran satisfacto-  
rias.

          B. Se determina la auto-compatibilidad de la composi-  
15        ción extruida por fusión almacenándola durante 48 horas a una  
humedad relativa del 70 %. Las superficies que han transpirado  
o están húmedas sobre el extruido se consideran indicaciones de  
exudación a humedad relativa alta, lo que resulta insatisfac-  
torio.

20        IV. Embalaje y manipulación

          A. Ensayo de flexión en nitrógeno

          Para determinar la capacidad de un filme totalmente se-  
co para ser manipulado inmediatamente después de salir de una  
extruidora por fusión sin rotura, se cuelgan durante la noche a  
25        25°C, en una cámara seca purgada con nitrógeno, unas tiras de

1 filme cobado de aproximadamente: 2,54 x 10,2 cm. Después las tiras se pliegan en la dirección corta dos veces a lo largo del mismo dobléz. Si no se produce resquebrajamiento o grietas, se considera que el filme es satisfactorio.

5 B. Capacidad de sellado térmico

La capacidad de un filme (equilibrado durante 2 horas o más a una humedad relativa del 27-70 %) para ser configurado en envases en una máquina de embalaje automática se juzga utilizando un termosellador de impulsos Sentinel Spacemaker (Modelo 12 TP, Packaging Industries, Hyannis, Massachusetts). La mordaza superior móvil está provista de una cinta de nicromo de 0,32 cm. Las dos mordazas superior e inferior están cubiertas con tejido de vidrio impregnado de Teflon<sup>®</sup>.

15 Una tira doblada de 2,54 x 10,2 cm de filme de 1-2 mils (0,0254-0,0508 mm) de espesor se sella térmicamente a 2,11 kg/cm<sup>2</sup> con una duración del impulso de un segundo o menos. Si el filme no se quema y se desgarrá al tratar de abrir el cierre producido, es satisfactorio.

20 C. Ensayo de caída del paquete

Este ensayo simula el comportamiento de un paquete de 8 onzas (248 g) durante el almacenamiento y la manipulación descuidada en el transporte.

25 Se sella térmicamente un perdigón de plomo (3,36 mm de diámetro, 45 g) en un paquete (5,08 x 5,08 cm cuando está plano) formado a partir de un filme soluble en agua (1,5-2,0 mils,

1 0,0381-0,0508 mm). El paquete se equilibra a una humedad relati-  
va del 50-70 % (durante 5 horas o más) y después se sella térmi-  
camente en una envoltura impermeable de un estratificado de  
3,5 mils (0,0889 mm) constituido por polietileno/lámina de alu-  
5 minio/polietileno/papel Kraft. El envase envuelto se equilibra  
a 0°C (durante 15 horas o más) y después se deja caer rápida-  
mente desde 1,22 metros sobre un suelo de baldosas. Los paque-  
tes solubles en agua que permanecen intactos pasan la prueba.

V. Ensayos de embalaje auxiliares

10 A. Propiedades de tracción

Las propiedades de tracción y el porcentaje de alarga-  
miento se miden en tiras de filme de 2,54 x 5,08 cm, utilizan-  
do un aparato Instron con una velocidad de la cabeza cruzada  
de 5,08 cm/minuto.

15 B. Flexión bajo tensión

La resistencia a la flexión bajo tensión se determina  
acondicionando durante 24 horas a una humedad relativa dada un  
filme de 10,2 x 17,8 cm que ha de ser ensayado. Unas tiras de  
2,54 cm de anchura se sujetan a lo largo de cada uno de los  
20 bordes de 17,8 cm entre dos mordazas paralelas forradas de go-  
ma, a una distancia de 1,27 cm y en el mismo plano. La anchura  
de 5,08 cm de filme sin sujetar forma una "U" entre las mor-  
dazas. El sistema se dispone para hacer girar el plano común  
de las mordazas a 60 rpm alrededor de una línea central que se  
25 encuentra en el plano de la dirección de 10,2 cm del filme y

1 pasa a través del centro de las mordazas cerradas. Una de las  
mordazas es fija. La segunda mordaza, que pesa 681 g, se dispo-  
ne de manera que se deslice libremente manteniendo el paralelis-  
mo con la distancia de 1,27 cm desde la mordaza fija y restrin-  
5 gida solamente por el filme sometido a ensayo. Así, a cada me-  
dia revolución del conjunto, la mordaza móvil se mueve con res-  
pecto a la mordaza fija, eliminando la flojedad de la muestra  
de filme que está siendo ensayada y produciendo una serie de  
arrugas diagonales y paralelas en el filme que se extienden  
10 de una mordaza a otra. Cuando el plano de las mordazas es ver-  
tical, se aplica una carga de 681 g al filme bajo ensayo. La  
mordaza deslizante aplica una carga de choque inicial al filme  
cada media revolución a medida que se desliza desde una posi-  
ción extrema a la otra. Cada media revolución se cuenta como  
15 un ciclo de tensión-flexión. El ensayo se termina cuando la  
muestra del filme se rompe, dejando que la mordaza móvil cho-  
que contra un conmutador que interrumpe la corriente eléctri-  
ca utilizada para hacer girar al conjunto.

#### c. Deslizamiento

20 La facilidad de deslizamiento de los filmes extruídos  
sobre superficies rígidas, v.g. un manguito configurador de  
una máquina vertical de embalaje del tipo de fabricar y lle-  
nar, se determina midiendo el coeficiente cinético de fricción  
(CCF) del filme. Sobre una plataforma movida a 15,2 cm/segundo  
25 se coloca una tira de filme de 5,08 cm de anchura. Sobre el fil

1 me se coloca un disco de peso conocido (200 g) y se conecta a  
un dinamómetro. Se registra la fuerza dinámica media. El C.C.F.  
es el valor de la fuerza dividido por el peso del disco; un va-  
lor del C.C.F. igual o menor de 0,3 es satisfactorio. (Medidor  
5 del coeficiente de fricción D-1005, Kayeness, Inc.).

#### EJEMPLO 1

#### Preparación de la alimentación en polvo para la extrusión por fusión

10 En un mezclador de cinta de 566 litros se cargan 204 g  
de un alcohol polivinílico adecuado. Después se rocía sobre el  
mismo, durante un periodo de 1 a 1,5 horas aproximadamente, la  
cantidad deseada de un polietilenglicol adecuado, puro o en  
forma de solución acuosa. La inclusión de 5-10 partes en peso  
de agua por 100 partes de alcohol polivinílico da una composi-  
15 ción que fluye más fácilmente.

#### EJEMPLO 2

#### Troquel plano; extrusión con un solo husillo

Se preparan dos alimentaciones en polvo como en el  
Ejemplo 1 de acuerdo con las siguientes composiciones:

- 20 (a) 0, 5 y 10 partes en peso de agua,  
10 partes en peso de Carbowax <sup>®</sup> 400  
100 partes en peso de Elvanol <sup>®</sup> 51-05
- (b) 10 partes en peso de agua  
15 15 partes en peso de Carbowax <sup>®</sup> 400  
25 100 partes en peso de Gohsenol <sup>®</sup> GL-05

1 (Nippon Gohsei, véase Polyvinyl Alcohol, Finch, págs.  
18-21, 1973, John Wiley and Sons)

5 y se introducen en una extruidora de Wayne de un solo husillo,  
de 1,91 cm, equipada con un troquel plano Coathanger con una  
ranura plana de 5,08 cm y una luz de 30 mils (0,762 mm). Las  
temperaturas del tambor varían entre 170 y 240°C (presión:  
35,2-70,4 kg/cm<sup>2</sup>) mientras el filme se extruye con éxito. Los  
filmes extruidos son limpios, brillantes, casi incoloros y ca-  
si exentos de gel. No se observa ninguna burbuja ni exudación.  
10 Los filmes son fácilmente estirados hasta un espesor de 1 mil  
(0,025 mm) mediante una correa móvil.

Los filmes así producidos pasan fácilmente todos los  
ensayos normalizados antes descritos. Las propiedades de trac-  
ción de los filmes, cuando se equilibran y ensayan a las humeda-  
des relativas indicadas, se encuentran en la siguiente tabla:  
15

TABLA I

<u>Composi- ción</u>	<u>Humedad relati- va</u>	<u>Módu- lo</u>	<u>Resisten- cia a la tracción*</u>	<u>Alarga- miento lí- mite*</u>	<u>Alargamien- to, %</u>
(a)	35	54	2,9	2,0	170
20 (a)	50	22	2,1	2,1	310
(b)	35	76	3,1	1,8	230
(b)	50	21	2,4	2,5	385

\* En kg/cm<sup>2</sup>.

25

1

EJEMPLO 3

Extrusión con husillo gemelo de una alimentación en polvo

5 Se preparan varias alimentaciones en polvo como en el Ejemplo 1, cuyas composiciones se encuentran resumidas en la siguiente Tabla II. Las alimentaciones se introducen en una extruidora por fusión de husillo gemelo (Packaging Industries, Inc., Hyannis, Mass.) con una L/D = 16:1, un respiradero en el centro y una ranura del troquel plano de 66 cm con una luz de 5 mils (0,127 mm). A 175-200°C, se enfila un filamento incoloro, transparente y no exudado alrededor de unos rodillos enfriadores cromados, propulsados (a la temperatura ambiente o enfriados con agua), se hace pasar entre unos rodillos de caucho y se estira hasta varios espesores (0,5-3 mils, 0,0127-0,076 mm) variando las velocidades de extrusión y arrollamiento. Se consiguen unas velocidades de extrusión de unos 27 kg por hora (igual a la capacidad de la extruidora) con una velocidad del husillo de 55 rpm, una velocidad de arrollamiento de 42,7 m/minuto y espesores de 0,5-1,5 mils (0,0127-0,0381 mm).

10

15

20

Los filmes así producidos pasan fácilmente los ensayos normalizados I, II, III y IV. Las propiedades de los filmes cuando se equilibran y ensayan a las humedades relativas indicadas se encuentran en la siguiente tabla:

25

-- --  
-- --

1

5

TABLA II

Filme extruido con un troquel plano y husillo gemelo

Composición del filme	Pep Car- bowax 400	Humedad re- lativa, %	Módulo <sup>5</sup>	R. trac- ción	Resis- tencia límite <sup>2</sup>	Alarga- miento % <sup>3</sup>	Número de ciclos de flexión con tensión fricción	Coefi- ciente de desli- zante	Solubi- lidad en agua del filme (ml por disco)	Solubi- lidad en agua tibia de tanque rociador (minutos)
100 pep PVA										
GI-05	10	20					95/34			
51-05	15	20					180/57			
GI-05	10	35					162/182	0,30 <sup>1</sup>		
51-05	15	35					249/288	0,28 <sup>1</sup>		
GI-05	10	50	13/17	2,4/2,4	2,4/2,4	283/284				
51-05	10	50	12/12	2,2/2,2	2,2/2,2	246/271				
GI-05	15	50	8,4/7,0	1,9/1,9	1,9/1,9	250/259			0,3-caída <sup>2</sup>	0,6-robra <sup>3</sup>
51-05	15	50	9,2/9,8	2,0/2,2	2,0/2,2	278/322			0,3/mil	1,5-libe ración
GI-05	10	65	9,8/10	2,1/1,5	1,0/1,0	243/214		0,25 <sup>4</sup>	completa	5 completa
51-05	15	65	5,1/4,6	1,3/1,2	0,8/0,8	213/218		0,26 <sup>4</sup>		

1. Metal maquinado hasta deslizamiento del filme

2. Filme equilibrado con una humedad relativa de 58 %; espesor del filme = 2 mils (0,0508 mm)

3. Filme equilibrado con una humedad relativa del 58 %; espesor del filme = 1,5-1,7 mils (0,0381-0,0432mm)  
Paquete en forma de almohada = 21,6 x 16,5 cm y conteniendo 454 g de Lunats<sup>®</sup> 90 WD

4. Disco cubierto con cinta de tejido de vidrio impregnado de Teflon<sup>®</sup>

5. Kg/mm<sup>2</sup>

6. Dirección de la máquina/dirección transversal.

25

1

5

TABLA II

Filme extruido con un troquel plano

10

Composición del filme		DM/DT <sup>6</sup>		
100 pep PVA	Pep Car- bowax <sup>4</sup> 400	Humedad re- lativa, %	Nódulo <sup>5</sup>	R. trac- ción <sup>3</sup>
GL-05	10	20		
51-05	15	20		
GL-05	10	35		
51-05	15	35		
GL-05	10	50	13/17	2,4/2,4
51-05	10	50	12/12	2,2/2,2
GL-05	15	50	8,4/7,0	1,9/1,9
51-05	15	50	9,2/9,8	2,0/2,2
GL-05	10	65	9,8/10	2,1/1,5
51-05	15	65	5,1/4,6	1,3/1,2

15

20

1. Metal maquinado hasta deslizamiento del filme
2. Filme equilibrado con una humedad relativa de
3. Filme equilibrado con una humedad relativa del Paquete en forma de almohada = 21,6 x 16,5 cm
4. Disco cubierto con cinta de tejido de vidrio
5. Kg/mm<sup>2</sup>
- 25 6. Dirección de la máquina/dirección transversal.

TABLA II

extruido con un troquel plano y husillo geneo

edad re iva, %	DW/DT <sup>6</sup>		Resis- tencia límite <sup>2</sup>	Alarga- miento %	Número de ciclos de flexión con tensión	Coefi- ciente de desli- zante de fricción	Solubi- lidad en agua del disco de filme (mi- nutos)	Solubi- lidad en agua fría en tanque rociador (minutos)
	Módulo <sup>5</sup>	R. trac- ción <sup>5</sup>						
20					95/34			
20					180/57			
35					162/182	0,30 <sup>1</sup>		
35					249/288	0,28 <sup>1</sup>		
50	13/17	2,4/2,4	2,4/2,4	283/284				
50	12/12	2,2/2,2	2,2/2,2	246/271				
50	8,4/7,0	1,9/1,9	1,9/1,9	260/259			0,3-caída <sup>2</sup>	0,6-rotura <sup>3</sup>
50	9,2/9,8	2,0/2,2	2,0/2,2	278/322			0,3/mil	1,5-libe- ración
65	9,8/10	2,1/1,5	1,0/1,0	243/214		0,25 <sup>4</sup>	completa	5 completa
65	5,1/4,6	1,3/1,2	0,8/0,8	213/218		0,25 <sup>4</sup>		

sta deslizamiento del filme

con una humedad relativa de 58 %; espesor del filme = 2 mils (0,0508 mm)

con una humedad relativa del 58 %; espesor del filme = 1,5-1,7 mils (0,0381-0,0432 mm)  
e almohada = 21,6 x 16,5 cm y contenido 454 g de Lannate<sup>®</sup> 90 WD

n cinta de tejido de vidrio impregnado de Teflon<sup>®</sup>

quina/dirección transversal.

EJEMPLO 4

Manipulación simulada de un paquete lleno

1 Dos paquetes en forma de almohada de 1,5-1,8 mils  
(0,0381-0,0457 mm) de espesor, 43,2 cm de longitud y 16,5 cm  
5 de anchura se fabrican sellando térmicamente unos filmes ex-  
truidos a base de 100 partes de Elvanol<sup>®</sup> 51-05 y a base de  
Gohsenol<sup>®</sup> GL-05 con 15 partes y 10 partes de Carbowax<sup>®</sup> 400,  
respectivamente. Cada uno de los paquetes se llena con 5 li-  
10 bras (2,268 kg) de azúcar granulado, se sellan y se equili-  
bran durante la noche a una humedad relativa del 45 %. Después  
cada uno de ellos se deja caer sobre un suelo de baldosas desde  
alturas de 91,4 cm primeramente y después de 183 cm, sucesiva-  
mente, sin escapes ni daños aparentes. En un paquete de fibra  
de 11,3 litros se introduce un paquete en forma de almohada se-  
15 llado térmicamente, de 38,8 x 38,1 cm, fabricado a partir de  
100 partes de Elvanol<sup>®</sup> 51-05/15 partes de Carbowax<sup>®</sup> 400, de  
1,5 mils (0,0381 mm) de espesor, conteniendo 4,54 kg de azúcar  
granulado y se deja caer desde 91,4 cm hasta el suelo sin que  
20 se rompa. El envase de filme entero e intacto puede ser conve-  
nientemente agregado a un tanque rociador volcando la caja.

En una máquina de embalaje automática vertical, de  
fabricar y llenar, se producen unos paquetes en forma de almo-  
hadas que contienen 227 g y 908 g de Iannate<sup>®</sup> 90WD, emplean-  
do un filme soplado a base de 51-05 y GL-05, conteniendo cada  
25 uno de ellos 15 pep de Carbowax<sup>®</sup> 400. La máquina se acciona

1 con movimiento intermitente y efectúa los sellos verticales mediante una barra constantemente caliente y los sellos horizontales por impulsos con una cinta de nicromo. Se obtienen unas velocidades de producción de 15-30 paquetes por minuto.

5

Tamaño del paquete	Espesor del filme (mils, mm)	Dimensiones del paquete en almohada (cm)	
		Altura	Anchura plana
227 g	1,2-1,5 (0,0305-0,0381)	14-15,2	16,3
980 g	1,5-2,0 (0,0381-0,0508)	30,5	17,3

10

Los paquetes en forma de almohada de 908 g y 227 g se equilibran a una humedad relativa del 50 %, se envuelven (como en IV (C) y se enfrían a 10°C y 0°C respectivamente.

15 Ambos paquetes resisten caídas de 122 cm. Se obtienen los mismos resultados cuando los paquetes envueltos se embalan en cajas de cartón (5,45 kg por caja), se enfrían y se dejan caer las cajas (122 cm) una vez sobre el fondo y otra vez sobre cada uno de los dos lados.

#### 20 EJEMPLO 5

##### Almacenamiento y rociado de los paquetes llenos

25 Se fabrican unos paquetes en forma de almohada duplicados (6,35 cm de altura x 7,62 cm de anchura) a partir de un filme extruido por fusión de aproximadamente 1,5 mils (0,0381 mm) de espesor de 100 partes de Elvanol<sup>®</sup> 51-05/15 partes de Carbowax<sup>®</sup> 400 y cada uno de ellos se llena con 10 g de uno de

1       varios pesticidas (Iannate<sup>®</sup> 90WD Methomyl insecticida, Lorox<sup>®</sup>  
50VP Linuron destructor de malas hierbas, Manzate<sup>®</sup> D Maneb  
fungicida, Benlate<sup>®</sup> Benomyl fungicida, Hyvar<sup>®</sup> X Bromacil  
destructor de malas hierbas, Tupersan<sup>®</sup> 50 Siduron destructor  
5 de malas hierbas, Marlata<sup>®</sup> 50 Methoxychlor insecticida y  
Thylate<sup>®</sup> Thiram fungicida) y se colocan en unas envolturas  
impermeables a la humedad constituidas por un estratificado  
de polietileno/lámina de aluminio/papel Kraft. La envoltura se  
sella térmicamente y después se introduce en una estufa y se  
10 mantiene a 45°C durante 21 días, simulando así un almacenamien-  
to del pesticida de un año aproximadamente. El análisis quími-  
co indica que no se ha producido ninguna variación en el nivel  
de ingrediente activo durante el almacenamiento. Todos los pa-  
quetes se sacan de las envolturas fácilmente y se pasan al ensa-  
15 yo de rociada. Se obtienen los mismos resultados para unos pa-  
quetes en forma de almohada de Iannate<sup>®</sup> almacenados durante  
16 meses a la temperatura ambiente.

Tres de las soluciones del tanque rociador (Iannate<sup>®</sup>,  
Benlate<sup>®</sup> y Manzate<sup>®</sup>) se someten a ensayo de la actividad bio-  
20 lógica y se encuentra que son tan activas como las soluciones  
de control de estos pesticidas.

#### EJEMPLO 6

##### Extrusión de filme soplado a escala comercial

25 Se preparan unas mezclas en cinta de cada una de las  
siguientes composiciones, como en el Ejemplo 1:

1 (a) 100 partes de Gohsenol <sup>®</sup> GL-05  
(conteniendo 0 y 5 partes de agua)

15 partes de Carbowax <sup>®</sup> 400

(b) 100 partes de Gohsenol <sup>®</sup> GL-05  
(conteniendo 0 y 5 partes de agua)

5 20 partes de Carbowax <sup>®</sup> 400

(c) 100 partes de Gohsenol <sup>®</sup> GL-05  
(conteniendo 0 y 5 partes de agua)

15 partes de Carbowax <sup>®</sup> 400

2 partes de óxido de polietileno  
(Polyox <sup>®</sup> WRPA 3154, Union Carbide, peso molecular  
promedio 900.000)

10

Cada una de las composiciones se introduce en la extruidora de husillo gemelo (Ejemplo 3) con un troquel de doble orificio de unos 0,64 cm de diámetro. Se forma una barra transparente, no exudada, que se enfría con cuchillos de aire, siendo las temperaturas preferidas del tambor-troquel de 190-210°C. (A temperaturas de fusión de unos 200°C, se desarrollan presiones más pequeñas. Alguna composición (a) se extruye a 130-180°C).

15

Las barras se cortan en gránulos, se dejan enfriar bajo nitrógeno y se introducen en una extruidora por fusión Eagon de 6,35 cm (Frank W. Eagon and Co.; Bound Brook, N.J.) con un husillo único, de un tipo comúnmente utilizado en la extrusión de polietileno Alathon <sup>®</sup>. La extruidora está equipada con un troquel anular de 25,4 cm de diámetro y con una apertura entre labios de 25 mils (0,635 mm). El tubo fundido que sale verticalmente se enfría mediante un anillo de aire, se infla con aire,

25

1 se aplasta, se pasa entre rodillos y se envía a la sección  
de arrollamiento. Se produce un tubo aplastado de 0,5-5 mils  
(0,0127-0,127 mm) de espesor, de una anchura plana de hasta  
5 91,4 cm, a velocidades de hasta 54,5 kg/hora (alrededor de  
13,7 m/minuto). El corte en tiras, la deslaminación y el arro-  
llamiento en línea se realiza a una humedad relativa compren-  
dida aproximadamente entre 30 y 65 %. La siguiente tabla resu-  
me las condiciones de operación para cada una de las tres com-  
posiciones.

10

TABLA III

<u>Composición</u>	<u>Temperatura del disco del tam- bor, °C</u>	<u>Temperatura de fusión, °C</u>	<u>Presión, kg/mm<sup>2</sup></u>
(a)	185-205	200-210	2,4
(b)	165-185	185	1,4
15 (c)	193-200	200	2,1

15

Los filmes resultantes son esencialmente incoloros,  
no exudados, sin huecos y contienen pocos geles. Los filmes  
(a) y (b) son transparentes. El filme (c) es ligeramente tur-  
bio. El filme (c) presenta menos pegajosidad y mejor desliza-  
20 miento a una humedad relativa alta y una excelente flexión a  
baja temperatura (-15°C). Las propiedades del filme se en-  
cuentran en la Tabla IV.

25

TABLA IV  
Filme soñado

Compo- sición del fil- me	Humedad relati- va, %	Módulo	R. trac- ción	Resisten- cia límite	Alargamien- to, %	Número de ci- clos de flexión con tensión	Desgarrar- miento Elmendorf	DN/DT	
(a)	20					216/125			
	35	158/134	12/8,4		212/232	332/346	38/1190		
	50	11/13	3,3/2,1	145/180					
	.62								
(b)	31								
(c)	20					116/94			
	35	137/177	12/6,3		198/166	331/301	42/468		
	50	11/11	2,8/2,1	2,8/2,1	212/20				

1

5

Filme

10

Compo- sición del fil- me	Humedad relati- va, %	Módulo <sup>1</sup>	R. trac- ción <sup>1</sup>	R ci
------------------------------------	-----------------------------	---------------------	-------------------------------	---------

15

(a)	20			
	35	158/134	12/8,4	
	50	11/13	3,3/2,1	

20

(b)

62

(c)

	20			
	35	137/177	12/6,3	
	50	11/11	2,8/2,1	

25

TABLA IV  
Filme soplado

DM/DT

<u>Módulo</u> <sup>1</sup>	<u>R. trac-</u> <u>ción</u> <sup>1</sup>	<u>Resisten-</u> <u>cia límite</u> <sup>1</sup>	<u>Alargamien-</u> <u>to, %</u>	<u>Número de ci-</u> <u>clos de flexión</u> <u>con tensión</u>	<u>Desgarra-</u> <u>miento</u> <u>Elmendorf</u>
158/134	12/8,4		212/232	216/125 332/346	38/1190
11/13	3,3/2,1	145/180			
137/177	12/6,3		198/166	116/94 331/301	42/468
11/11	2,8/2,1	2,8/2,1	212/20		

PRIMA IV (continuación)

Prueba de Solado

10	Composición del filme	Solubilidad en agua fría del disco de filme	Solubilidad en agua fría en el agua fría en el rociador	<u>Caída del paquete</u>
----	-----------------------	---	---	--------------------------

(a)

0,3 rotura  
1,0 lit. ración  
2,3 completa<sup>4</sup>

0,1 caída<sup>4</sup>  
0,8 min/mil

pasa 0°C  
pasa -6°C

15

(b)

0,1 caída<sup>5</sup>  
0,8 min/mil

(c)

20

1. En kg/cm<sup>2</sup>

2. En granos por mil (0,0254 mm) ASTM Método D 1922-61T, Normas 1964, Parte 27, pág. 642

3. Minutos

4. 1/4 mils (0,0356 mm)

5. 1,3 mils (0,330 mm)

25

1

5

10

Composición  
del filme

Solubilidad en agua fría  
del disco de filme

(a)

0,1 caída<sup>4</sup>

0,8 min/mil

15

(b)

0,1 caída<sup>5</sup>

0,8 min/mil

(c)

20

1. En kg/mm<sup>2</sup>

2. En gramos por mil (0,0254 mm) AS

3. Minutos

4. 1/4 mils (0,0356 mm)

5. 1,3 mils (0,330 mm)

25

TABLA IV (continuación)

Filme soplado

<u>Solubilidad en agua fría del disco de filme</u>	<u>Solubilidad en agua fría en tanque rociador</u>	<u>Caída del paquete</u>
0,1 caída <sup>4</sup> 0,8 min/mil	0,3 rotura 1,0 licoración <3 completa <sup>4</sup>	pasa 0°C pasa -6°C
0,1 caída <sup>5</sup> 0,8 min/mil		

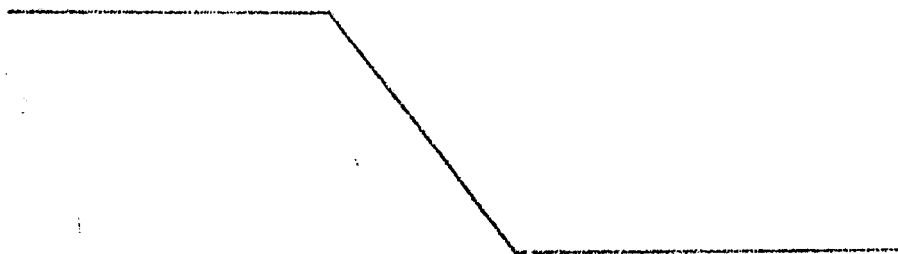
2.  
 os por mil (0,0254 mm) ASTM Método D 1922-61T, Normas 1964, Parte 27, pág. 642  
 s (0,0356 mm)  
 s (0,330 mm)

1                    La Tabla IV demuestra que el estiramiento durante  
la extrusión por fusión y el arrollamiento comunica una orien-  
tación que aumenta considerablemente la resistencia al desgarramiento (compárese, por ejemplo, para (a) el aumento de 30  
5 veces en la resistencia al desgarramiento para la DT frente a la DM) - una ventaja no conseguida mediante simple colada con disolvente. La orientación proporciona otras ventajas de tenacidad. Por ejemplo, un paquete llenado constituido por un filme colado acuoso (51-05/100 y Carbowax <sup>®</sup> 400/15 pep)  
10 falla en el ensayo de caída del paquete (0°C, 50 % de humedad relativa).

Todos estos filmes pasan todos los ensayos normalizados y presentan una solubilidad en agua fría del disco de filme de 0,5-0,8 minutos/mil (0,0254 mm). Un paquete en forma de almohada del filme (a) conteniendo 227 g de Iannate <sup>®</sup> se rompe a los 0,3 minutos, libera producto al cabo de 1 minuto y se disuelve completamente en menos de 3 minutos en el ensayo en el tanque rociador. Se obtienen resultados similares cuando la extrusión del filme soplado se repite utilizando Elvanol <sup>®</sup>  
15 51-05 en lugar de Gohsenol <sup>®</sup> GL-05 con 15 pep de Carbowax <sup>®</sup> 400.

20

25



REIVINDICACIONES

1

5

10

15

20

25

1. Un procedimiento para la fabricación de un filme soluble en agua fría, de 0,5-10 mils (0,0127-0,254 mm) de espesor, que consiste en extruir por fusión una composición constituida esencialmente por 5-20 partes en peso de un polietilenglicol con un peso molecular promedio de 325-550 aproximadamente en 100 partes en peso de un alcohol polivinílico de bajo peso molecular que está hidrolizado al 85-90% y tiene una viscosidad de 3-10 cps medida en solución acuosa al 4% a 20°C.

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, que consiste en extruir por fusión una composición donde el polietilenglicol tiene un peso molecular promedio de 380-420.

3. Un procedimiento según la reivindicación 1, que consiste en extruir por fusión una composición donde el alcohol polivinílico está hidrolizado al 87-90% y tiene una viscosidad de 4-6 cps medida en una solución acuosa al 4% a 20°C.

4. Un procedimiento según la reivindicación 1, que consiste en extruir por fusión una composición donde el polietilenglicol tiene un peso molecular promedio de 380-420 y está presente en una proporción de 12-17 partes en peso por cada 100 partes de alcohol poli-

1           vinílico.

5           5. Un procedimiento según la reivindicación 1,  
que consiste en extruir por fusión una composición don-  
de el polietilenglicol tiene un peso molecular prome-  
dio de 380-420 y está presente en una proporción de  
unas 15 partes en peso por 100 partes de alcohol pcli-  
vinílico.

10          6. Un procedimiento según la reivindicación 1,  
que consiste en extruir por fusión una composición que  
contiene 2 partes en peso o menos por cada 100 partes  
de alcohol polivinílico de un polímero soluble en agua  
con un peso molecular promedio de 600 como mínimo, es-  
tando seleccionado dicho polímero entre el grupo forma-  
do por óxido de polietileno y polietilenglicol.

15          7. Un procedimiento según la reivindicación 1,  
que consiste en extruir por fusión una composición que  
contiene 2 partes en peso o menos por cada 100 partes  
de alcohol polivinílico de un polímero soluble en agua,  
estando seleccionado dicho polímero entre el grupo for-  
mado por óxidos de polietileno con un peso molecular de  
20          500.000 a 1.000.000 y polietilenglicoles con un peso  
molecular promedio de 600 como mínimo.

25          8. Un procedimiento según la reivindicación 1,  
que consiste en extruir por fusión una composición que  
contiene 5 partes en peso o menos de un coadyuvante

1 por cada 100 partes en peso de alcohol polivinílico.

5 9. Un procedimiento según la reivindicación 1, que consiste en extruir por fusión una composición que contiene 0,5-1 partes en peso de un coadyuvante por cada 100 partes en peso de alcohol polivinílico.

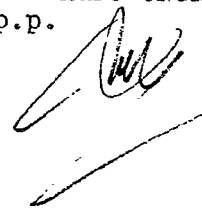
10 10. Un procedimiento según la reivindicación 1, que consiste en extruir por fusión una composición que contiene 2 partes en peso o menos por 100 partes de alcohol polivinílico de un polímero soluble en agua con un peso molecular promedio de 400 como mínimo, estando seleccionado dicho polímero entre el grupo formado por polipropilenglicol o copolímeros de óxido de etileno/óxido de propileno.

15 11. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE UN FILME SOLUBLE EN AGUA FRIA".

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de cuarenta páginas mecanografiadas.

Madrid, 2 Enero 1975

BERNARDO UNGRIA  
P.P.



25