

25 ABR. 1978

ES

11	NUMERO	461.696
21	FECHA DE PRESENTACION	- 4 AGO. 1977

A1



ESPAÑA

CONCEDIDA

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO			32 FECHA			33 PAIS		
32559/76			4 Agosto 1976			Gran Bretaña		
47 FECHA DE PUBLICIDAD		51 CLASIFICACION INTERNACIONAL			52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA			
		B32B			***			
54 TITULO DE LA INVENCION								
"Método de dos etapas de formar estratificados"								
71 SOLICITANTE (S)								
KONINKLIJKE EMBALLAGE INDUSTRIE VAN LEER B.V.								
DOMICILIO DEL SOLICITANTE								
Amsterdamsweg 206, Amstelveen, Holanda								
72 INVENTOR (ES)								
Duggan James Gash								
73 TITULAR (ES)								
74 REPRESENTANTE								
M. Carell Suñol								

BO-5379-MAR/III
EX-NL

BAD ORIGINAL

PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años

solicitada en España a favor de KONINKLIJKE VERBODDE
INDUSTRIE VAN LEER B.V., de nacionalidad holandesa, domici-
liada en Amsterdamsseweg 206, Amstelveen, Holanda, por "Mét-
do de dos etapas de formar estratificados", con prioridad
de la solicitud británica 32559/76 de fecha 4 Agosto 1976.-

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un método de
dos etapas de formar estratificados con al menos dos pelícu-
las de plástico de la misma o distinta naturaleza, caracte-
rizado porque comprende poner en contacto íntimo dichas pe-
lículas a una temperatura entre los límites de la temperatu-
ra ambiente hasta la temperatura de fusión de la película
que tiene el punto de fusión más bajo de dichas películas a
fin de formar una película compuesta de baja resistencia a
la exfoliación y posteriormente someter dicho compuesto a un
tratamiento a una temperatura elevada dentro de los mismos
límites a fin de formar un estratificado de elevada resisten-
cia a la exfoliación. - - - - -

- En la patente británica 1.055.803 queda reconocido que cuando se orienta polipropileno, su capacidad de adherirse así mismo bajo la aplicación de calor y presión, o sea, su susceptibilidad de termosoldado, es poco adecuada e insatisfactoria para muchas aplicaciones y dicha patente describe un método de producir una película de polipropileno orientada biaxialmente y que tiene unas capas de polímero termoplástico termosoldable adherido a la misma. Para evitar el tratamiento previo de la película de polipropileno o métodos complicados de aplicar el polímero termoplástico y termosoldable a partir de solución, el método de dicha patente enseña el poner una película de polipropileno en un contacto estrecho, pero fácilmente exfoliable, con una película termoplástica no orientada y termosoldable y estirar la película compuesta a una temperatura elevada para obtener una adhesión interfacial y de esta forma pegar las dos películas una a otra. La película de polipropileno utilizada es preferiblemente una película orientada monoaxialmente y preferentemente se estira la película compuesta en una dirección diferente de la dirección de orientación de la película de polipropileno de modo que en el producto final, el polipropileno quede biaxialmente orientado. -----
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- En el método de dicha patente, pueden reunirse las películas haciéndolas pasar a través de un par de rodillos de presión. Entonces se hace pasar la película compuesta a través de una o más zonas de calentamiento en las que se calienta y se estira, al menos transversalmente, y se mantiene
- 25.

bajo tensión transversal y longitudinal. - - - - -

5. La patente británica 1.145.199 describe una mejora en el método de la patente británica 1.055.803, hallándose la mejora en el uso, como película termoplástica y termosoldable, de una película de copolímero de etileno/propileno preparada a partir de una mezcla de monómero que contiene de 2 a 6% en peso de etileno, siendo el resto esencialmente poli-propileno. - - - - -

10. La patente estadounidense 3.360.412 concedida a James describe un procedimiento para estratificar en seco películas termoplásticas no similares sin el uso de un adhesivo; en este procedimiento, con anterioridad a la formación del estratificado, se someten las superficies contiguas de las películas a un tratamiento previo por descarga eléctrica.

15. La patente estadounidense 4.008.352 da a conocer un procedimiento de termoestratificación de películas termoplásticas uniendo las superficies de estas películas, sometidas previamente a un tratamiento por descarga corona, en contacto, un conjunto de rodillos de presión de los cuales al menos uno tiene una temperatura superior a la temperatura requerida para obtener un "estratificado de baja resistencia a la exfoliación", pero inferior a la temperatura en que el estratificado se adhiere a dicho rodillo caliente. - - - - -

20. En una etapa posterior, se hace pasar el estratificado a través de una zona caliente, estando dicha zona a una temperatura al menos tan elevada como la temperatura del rodillo

lle caliente, y luego se enfría el estratificado que es ahora un "estratificado de elevada resistencia adhesiva". - - - - -

5. Así, en ambos procedimientos, las películas a utilizar han de someterse a un pretratamiento imprescindible, antes de poderse someter a una estratificación en seco. - - -

10. Otros métodos conocidos de formar estratificados sin el uso de adhesivos adolecen de uno o más inconvenientes, tales como que dan lugar a resistencias insuficientes de adhesión o requieren presiones muy elevadas de rodillo que dan como resultado una deformación inaceptable de las películas, o pérdida de orientación en las películas preorientadas cuando se utilizan temperaturas elevadas. - - - - -

15. Se ha encontrado ahora, que pueden hacerse estratificados con buenas resistencias a la exfoliación poniendo en contacto íntimo al menos dos películas de plástico sin tratamiento superficial de la misma o diferente naturaleza a una temperatura dentro de los límites de la temperatura ambiente hasta la temperatura de fusión de la película que tiene el punto de fusión más bajo de dichas películas, a fin de formar una película compuesta de baja resistencia a la exfoliación, y posteriormente someter dicha película compuesta en un estado substancialmente libre de tensión y presión a un tratamiento a una temperatura elevada dentro de los mismos límites a fin de formar un estratificado de elevada resistencia a la exfoliación. Preferentemente la temperatura utilizada para

20.

25.

La segunda etapa se encuentra justo por debajo de la temperatura de reblandecimiento o fusión de la película que tiene la temperatura de reblandecimiento o fusión más bajo. - - -

5. Preferentemente al menos una de las películas de la película compuesta está orientada monoaxialmente y, más preferentemente, al menos dos de las películas están orientadas monoaxialmente. En la película compuesta, la dirección de orientación de una de las películas forma un ángulo, preferentemente de 90°, con la dirección de orientación de la(s) otra(s) película(s). - - - - -
- 10.

15. Dado que la película compuesta se somete únicamente a temperaturas por debajo de las temperaturas de fusión o reblandecimiento de los constituyentes, no se afecta la orientación de las películas que forman el estratificado. Para aplicaciones de envasado, el espesor del estratificado va preferentemente de 10 a 3000 μm , más preferentemente de 20 a 100 μm . Para otras aplicaciones, pueden utilizarse estratificados del mismo o diferente espesor. - - - - -

20. El contacto íntimo inicial de las películas se efectúa preferentemente haciéndolas pasar a través de un par de rodillos de presión, pero otros medios pueden utilizarse también. Cuando se utilizan los rodillos de presión, la presión entre los rodillos no es crítica, pero debe ser tal que se obtenga un contacto íntimo entre las películas sin una deformación indebida de las películas. Ello quiere decir que la
- 25.

presión lineal puede ser tan baja como 0,1 N/cm, pero puede alcanzar hasta 1.000 N/cm. La temperatura de esta etapa del procedimiento es preferentemente de 80 a 120°C, pero pueden utilizarse temperaturas inferiores, incluso temperaturas ambiente proporcionan buenos resultados. - - - - -

5. La película compuesta obtenida suele poderse exfoliar con bastante facilidad simplemente separando las capas a mano, dependiendo el grado de adhesión entre las capas de los materiales de película utilizadas y las condiciones de estratificación. - - - - -

10. La etapa posterior de calentamiento se realiza, por ejemplo, haciendo pasar la película compuesta por un horno y por encima de uno o más cilindros o rodillos calientes. La temperatura utilizada en esta etapa va preferentemente de 60 a 180°C, según los materiales laminados utilizados. El tiempo del tratamiento térmico posterior no es crítico siempre que se caliente el compuesto durante un tiempo suficientemente largo de modo que alcance la temperatura deseada a través de todo su espesor, o sea por debajo o justo por debajo de la temperatura que es la temperatura de fusión o de reblandecimiento de los constituyentes en la película compuesta que tienen la temperatura de fusión o reblandecimiento más baja. El estratificado resultante exhibe una adhesión entre capas enormemente mejorada, en comparación con la de la película compuesta anterior del tratamiento térmico posterior. - - -

20. Se prefiere que al menos una de las películas del

- estratificado debería formarse de un polímero termoplástico; tales películas pueden producirse por cualquier proceso convencional apropiado, tales como el soplado en forma tubular o la extrusión en forma plana, la colada en forma plana o el calendrado. Las películas apropiadas incluyen, por ejemplo, películas de homopolímeros o copolímeros de etileno, polipropileno, poliestireno, cloruro de polivinilo, cloruro de polivinilideno, alcohol polivinílico y copolímeros de etileno/acetato vinílico. Pueden utilizarse también láminas metálicas.
- 5.
10. Los materiales más preferidos de película son el polipropileno orientado monoaxialmente y polietileno de alta densidad orientado monoaxialmente. - - - - -

- Para que se pueda comprender más completamente la invención, se dan los siguientes ejemplos únicamente a título de ilustración: - - - - -
- 15.

Ejemplo 1

- Se hizo un estratificado cruzado haciendo pasar dos películas de polietileno orientadas monoaxialmente y con sus direcciones de orientación en un ángulo de 90° a través de un par de rodillos de presión a una presión lineal de 200 N/cm. El polietileno era Unifos 2900, un polietileno de alta densidad con un punto de fusión de 133°C. El espesor de la película era de 50 µm. No se dio tratamiento previo alguno a la superficie de la película con anterioridad al proceso de estratificación. - - - - -
- 20.
- 25.

La película compuesta resultante con un espesor de 100 μ m era fácilmente exfoliable y se calentó posteriormente a una temperatura de unos 130°C durante unos 5 minutos en un horno, sin la aplicación de presión y estando la película compuesta en un estado substancialmente libre de tensión. - -

5.

La resistencia a la exfoliación del compuesto después de pasar por los rodillos de presión era de 4 N/m y la del estratificado después del tratamiento térmico posterior era de 150 N/m, siendo el grado de orientación en el estratificado cruzado final no inferior a la orientación de las películas monoaxialmente orientadas antes de la operación de estratificación. - - - - -

10.

Se ensayó la resistencia a la exfoliación como sigue: - - - - -

Se exfolió una muestra de 20 mm de ancho en un telémetro Instron, con una velocidad de cabezal de 500 mm/min, dando una velocidad lineal de exfoliación de 250 mm/min. Se registró la fuerza necesaria para exfoliar la muestra. La configuración de la muestra era tal que los dos extremos libres eran colineares, la parte no exfoliada estaba soportada ligeramente de modo que permanecía perpendicular a los extremos libres. - - - - -

15.

20.

Se realizó el ensayo a 20°C y en una humedad relativa de 65%. - - - - -

Ejemplo 2

5. Se prepararon tres estratificados a partir de película de polietileno de alta densidad (Unifos 2900) haciendo pasar inicialmente dos películas superpuestas a través de un tren de laminado de acero a una presión de 1.000 N/cm a temperatura ambiente. No se dio tratamiento previo alguno a las superficies de las películas antes de la estratificación. -

Se encontró que la película compuesta producida tenía una resistencia a la exfoliación inferior a 2 N/g. - - -

10. Entonces se calentó el estratificado a 125°C haciéndolo pasar por un rodillo caliente, siendo el tiempo de contacto inferior a 10 segundos. - - - - -

15. Se encontró que los tres estratificados preparados por este procedimiento tenían resistencias a la exfoliación como sigue: - - - - -

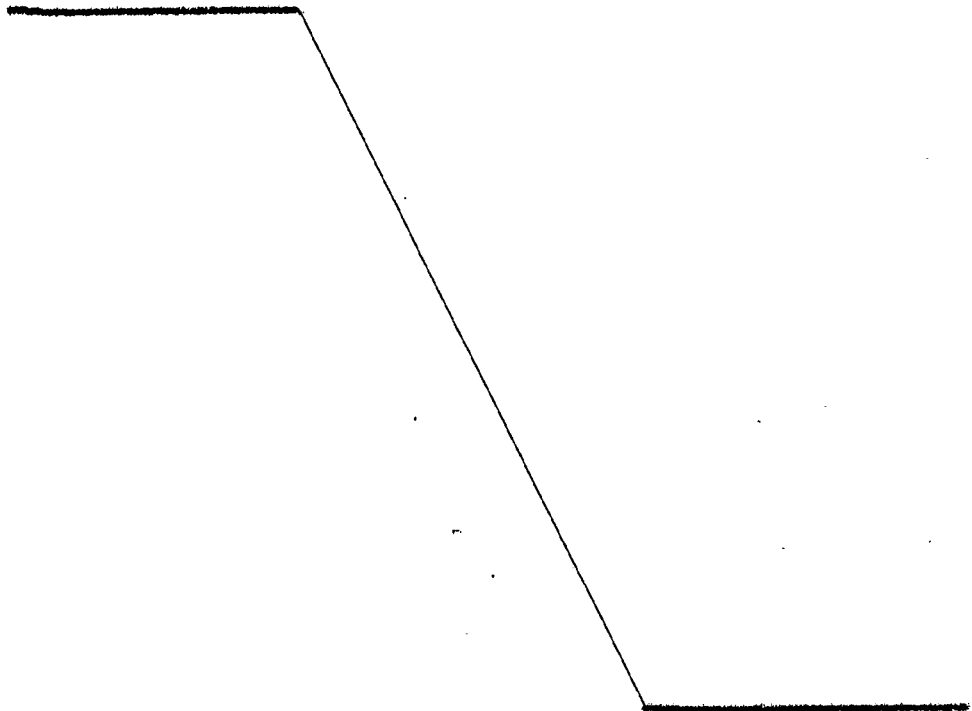
Muestra nº.	Resistencia a la exfoliación N/g
1	20-55
2	40-50
3	50-70

Ejemplos 3 a 16

20. Se hicieron estratificados cruzados haciendo pasar 2 ó 3 películas a través de un par de rodillos de presión,

con una presión lineal de 200 N/cm. La película de polipropileno utilizado fue GPE 102 de la casa ICI. La película de polietileno de alta densidad fue Vestolen 6042 de IRI, y la película de nylon fue Rilsan de Aquitaine. - - - - -

5. El espesor de las películas era de 50 micras. No se dio tratamiento previo alguno a la superficie de las películas con anterioridad al proceso de estratificación. Se sometieron las películas compuestas resultantes fácilmente exfoliables con un espesor de 100 μ m a una etapa de tratamiento térmico posterior a temperaturas indicadas en la tabla que sigue haciéndolas pasar por encima de un rodillo caliente con un período de contacto de 10 a 15 segundos. - - - - -
- 10.

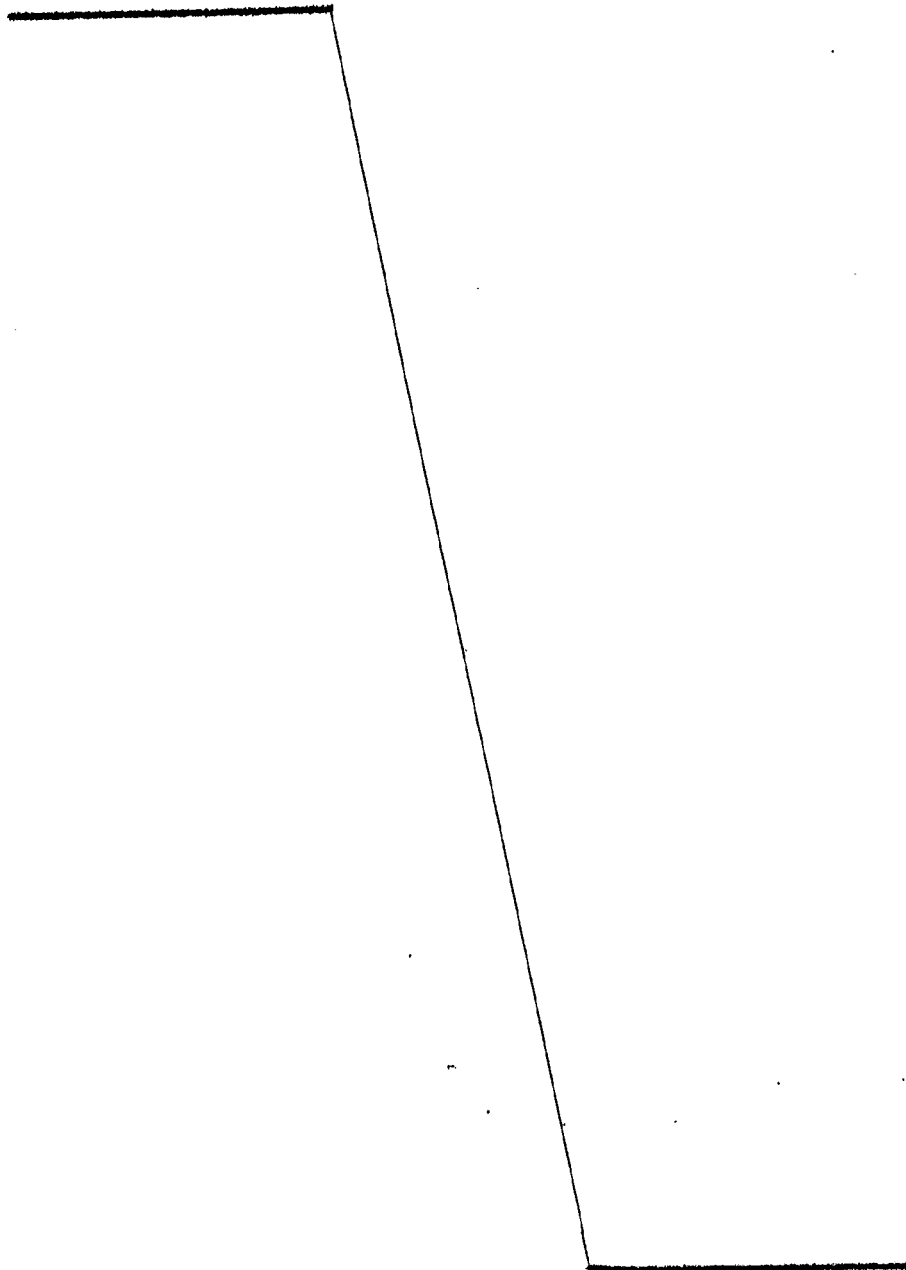


Ej.	Materiales de la película	Temperatura de estratificación	Resistencia media a la exfoliación después de tratamiento térmico posterior en N/m	Temperatura de tratamiento térmico posterior	Resistencia media a la exfoliación después de tratamiento térmico posterior
3	Estratificado cruzado consistente en dos capas de polipropileno orientado monoaxialmente, preparado según el proceso descrito en la patente británica 1.414.785	110°C	5	152°C	No podría exfoliarse debido a una resistencia demasiado elevada de adhesión
4	Estratificado cruzado consistente en dos capas de polietileno de alta densidad orientado monoaxialmente, preparado según el proceso descrito en la patente británica 1.414.785	110°C	3	124°C	60
5	Estratificado cruzado según se describe en la patente británica 792.976, consistente en 2 capas de polipropileno orientado monoaxialmente	110°C	3	150°C	260
6	Estratificado cruzado según se describe en la patente británica 792.976, consistente en 2 capas de polietileno de alta densidad orientado monoaxialmente	110°C	4	127°C	15
7	Estratificado consistente en una capa de polipropileno sin orientar y una capa de polipropileno orientado monoaxialmente, preparado según el proceso descrito en la patente británica 1.414.785	110°C	6	147°C	No podría exfoliarse debido a una resistencia demasiado elevada de adhesión.

Ej.	Materiales de la película	Temperatura de estratificación	Resistencia media a la exfoliación después de estratificación en N/m	Temperatura de tratamiento térmico posterior	Resistencia media a la exfoliación después de tratamiento térmico posterior en N/m
8	Estratificado consistente en una capa de polietileno de alta densidad sin orientar y una capa de polietileno de alta densidad orientado monoaxialmente, preparado según el proceso descrito en la patente británica 1.414.785	110°C	10	120°C 125°C	30 65
9	Estratificado consistente en una capa de polipropileno sin orientar y una capa de polipropileno orientado monoaxialmente, preparado según el proceso descrito en la patente estadounidense 2.943.356	110°C	65	150°C	250
10	Estratificado consistente en una capa de polietileno de alta densidad no orientada y una capa de polietileno de alta densidad orientada monoaxialmente, preparado según el proceso descrito en la patente estadounidense 2.943.356	110°C	30	124°C	105
11	Estratificado consistente en dos capas de polipropileno no orientado	112°C	80	147°C	140
12	Estratificado consistente en dos capas de polietileno de alta densidad no orientado	104-112°C	15	122°C	45
13	Estratificado consistente en tres capas de polietileno de alta densidad no orientado	110°C	15 32	118°C	60 120

Ej.	Materiales de la película	Temperatura de estratificación	Resistencia media a la exfoliación después de estratificación en N/A	Temperatura de tratamiento térmico posterior	Resistencia media a la exfoliación después de tratamiento térmico posterior en N/A
14	Estratificado consistente en dos capas de nylon-11	1140C	2,5	1600C 1650C	32,5 175
15	Estratificado consistente en una capa de nylon-11 y una capa de lámina de aluminio	1100C	5	1690C	30
16	Estratificado consistente en una capa de polipropileno, una capa de polietileno de alta densidad y otra capa de polietileno de alta densidad	1100C	2,5 2,5	1310C	50 PE no pudo exfoliarse

A los efectos consiguientes, se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las reivindicaciones que siguen. -----



REIVINDICACIONES

1.- Método de dos etapas de formar estratificados, de al menos dos películas de plástico de la misma o de diferentes naturaleza, que comprende poner en contacto íntimo dichas películas a una temperatura dentro de los límites de temperatura ambiente hasta la temperatura de fusión de la película que tiene el punto de fusión más bajo de dichas películas para formar un compuesto de baja resistencia a la exfoliación, y posteriormente someter dicho compuesto a un tratamiento a una temperatura elevada dentro de los mismos límites a fin de formar un estratificado de elevada resistencia a la exfoliación, caracterizado porque se utilizan simplemente películas sin tratamientos superficial y se somete la película compuesta de la primera etapa al tratamiento de la segunda etapa en un estado substancialmente libre de tensión y presión. - - - - -

5.

10.

15.

2.- Método según la reivindicación 1, caracterizado porque se obtiene el contacto cohesivo por medio de rodillos de presión. - - - - -

20.

3.- Método según las reivindicaciones 1 & 2, caracterizado porque al contacto íntimo se obtiene a una temperatura dentro de los límites de la temperatura ambiente hasta justo por debajo de los puntos de fusión de los materiales de la película compuesta. - - - - -

4.- Método según las reivindicaciones 1-3, caracte-
rizado porque el tiempo de tratamiento térmico posterior es
inferior a unos 60 segundos. - - - - -

5. 5.- Método según las reivindicaciones 1-4, caracte-
rizado porque al menos una de las películas de dicha pelícu-
la compuesta es una película termoplástica. - - - - -

6.- Método según las reivindicaciones 1-5, caracte-
rizado porque al menos un componente de la película compues-
ta es una película orientada monoaxialmente. - - - - -

10. 7.- Método según las reivindicaciones 1-6, caracte-
rizado porque al menos una de las películas de dicha pelícu-
la compuesta es polipropilano orientado monoaxialmente. - -

15. 8.- Método según las reivindicaciones 1-7, caracte-
rizado porque al menos una de las películas de dicha pelícu-
la compuesta es polietileno de alta densidad orientado mono-
axialmente. - - - - -

9.- Método según las reivindicaciones 1-8, caracte-
rizado porque una de las películas utilizadas en dicha pelí-
cula compuesta es una lámina metálica. - - - - -

20. 10.- Método según las reivindicaciones 1-9, caracte-
rizado porque al menos dos películas termoplásticas orien-
tadas monoaxialmente se utilizan en dicha película compuesta.

no siendo paralelas las direcciones de orientación. - - - - -

11.- "METODO DE DOS ETAPAS DE FORMAR ESTRATIFICA-
DOS". - - - - -

5. Todo ello conforme se describe y reivindica en la
presente memoria que consta de diecisiete hojas foliadas y
mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, - 4 AGO. 1977
P. A. M. CURELL SUÑOL

M. Curell Suñol

Ag