

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 807 888**

51 Int. Cl.:

**B32B 7/12** (2006.01)

**B32B 27/18** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.09.2012 PCT/US2012/055976**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.03.2013 WO13043635**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.09.2012 E 12769558 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.06.2020 EP 2750881**

54 Título: **Estructuras en capas y artículos preparados a partir de éstas**

30 Prioridad:

**19.09.2011 US 201161536140 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**24.02.2021**

73 Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (50.0%)**

**2040 Dow Center**

**Midland, MI 48674, US y**

**ROHM AND HAAS COMPANY (50.0%)**

72 Inventor/es:

**SUNDARAM, SEKHAR;**

**BHATTACHARJEE, DEBKUMAR;**

**VAN DUN, JOZEF J.;**

**JACOBS, BRADLEY A.;**

**PATEL, RAJEN M. y**

**WILLIAMSON, ALEXANDER**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 807 888 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Estructuras en capas y artículos preparados a partir de éstas

**Antecedentes de la invención**

5 En los adhesivos de poliuretano curables de "dos componentes", un componente es un "componente que contiene un grupo isocianato", y el otro componente es un componente que contiene uno o más compuestos con varios hidrógenos activos. El "adhesivo de dos componentes" se prepara mezclando los dos componentes, y la mezcla se aplica luego a dos o más sustratos.

10 Algunas formulaciones adhesivas de "dos componentes" contienen uno o más compuestos de isocianato aromáticos monoméricos, que generalmente son difuncionales, y uno o más polioles. Dichas formulaciones pueden sufrir reacciones químicas que forman polímeros de uretano, y estas reacciones son generalmente reacciones de curado útiles. Los isocianatos aromáticos monoméricos reaccionan para formar polímeros y/o reticulaciones que fortalecen el enlace adhesivo. Estos adhesivos de poliuretano a veces se usan para unir dos o más sustratos para formar un conjunto unido destinado a su uso en recipientes para alimentos. La patente JP2010-264677 describe un laminado que tiene una capa adhesiva y una capa selladora dispuesta sucesivamente sobre un material base de plástico. La capa adhesiva contiene un compuesto de isocianato (85% en peso o más) que tiene dos o más grupos isocianato y un compuesto de polidimetilsiloxano (0,01-0,5% en peso). El laminado se utiliza para material de envasado de productos alimenticios y farmacéuticos. En las siguientes referencias: JP2006021530A, WO 2008/079784, WO 2008/080111 y US 2010/0093942 también se describen películas, laminados y/o composiciones.

20 En las siguientes referencias: JP2002316396A, JP03918404B2, JP2001152127A, JP04496564B2, JP04407144B2, JP03959967B2 (Resumen), JP03918404B2, JP2000167973A, JP2009142997A, JP03780741B2, JP11000978A, JP3086539A, JP2011016232A, JP2010036413A, JP2006021530A, JP04402414B2, US20040116643, US20020103284, US20100010156, US7101624, US7097890, US7241481, US7368171, US7071280, US6607831, US5654061, US5047272, WO 02/16221, WO 97/03821 y EP1559746A1 se describen más películas, laminados y/o composiciones.

25 Sin embargo, para aplicaciones en envasado de alimentos, aun cuando el adhesivo de poliuretano esté curado, algunos compuestos de isocianato monomérico pueden estar presentes en el conjunto unido. La presencia de compuestos de isocianato monomérico se considera indeseable, ya que estos compuestos se consideran tóxicos y reactivos. Además, estos compuestos pueden reaccionar con agua para formar aminas. Por ejemplo, el exceso de isocianato monomérico puede reaccionar con agua (por ejemplo, agua atrapada formada durante el recubrimiento del adhesivo, o agua de una atmósfera con gran humedad) para formar una amina primaria (véase la figura 1). Dichas aminas se consideran indeseables. Entre dichas aminas, las aminas aromáticas primarias (PAA) se consideran especialmente indeseables. Para los envases de alimentos, se desea que el contacto entre el envase y los alimentos no dé como resultado cantidades apreciables de PAA en los alimentos.

35 Generalmente, si un conjunto unido contribuye a la presencia de PAA en los alimentos, se prueba exponiendo el conjunto unido a ácido acético diluido durante un determinado período de prueba. El ácido acético diluido actúa como un "simulador" (es decir, simula la acción de los alimentos). Durante el período de prueba, los PAA presentes en el conjunto unido pueden migrar al simulador. También durante ese tiempo, los compuestos de isocianato aromático monomérico en el material, a prueba, también pueden migrar al simulador y reaccionar con el simulador para formar un PAA. Posteriormente, en el simulador puede analizarse la concentración total de todos los PAA. Esa concentración se denomina en la presente memoria "concentración de PAA".

40 Es deseable que un conjunto unido tenga una baja concentración de PAA. En el pasado, era frecuente que un conjunto unido, hecho con un adhesivo de poliuretano de "dos componentes", tuviera una cantidad apreciable de isocianato aromático monomérico presente, incluso después de la formación del conjunto unido y la reacción de curado del adhesivo se consideraban completos. Tal conjunto unido solía tener una alta concentración de PAA.

45 En el pasado, un método para proporcionar un conjunto unido con una baja concentración de PAA era almacenar el conjunto fabricado durante un período de tiempo, antes del uso del conjunto unido en una aplicación de envasado de alimentos. La concentración de isocianato monomérico normalmente disminuirá mientras el conjunto unido esté almacenado. Se cree que el agua en la atmósfera se difunde en el adhesivo y reacciona con los grupos isocianato. Estas reacciones dan como resultado la formación de PAA que puede reaccionar además con otras "moléculas que contienen grupos isocianato" para formar compuestos de tipo urea relativamente inocuos. Por lo tanto, a medida que los grupos isocianato reaccionan con el agua, la cantidad de isocianato aromático monomérico disminuye y la concentración de PAA también disminuye. En el pasado, a menudo se requerían tiempos de almacenamiento de 14 días o más, antes de que la concentración de PAA llegara a ser aceptablemente baja. Hay necesidad entre los fabricantes de envases de alimentos de reducir la concentración de PAA a niveles aceptablemente bajos, en un corto período de tiempo, para eliminar largos tiempos de almacenamiento. Por lo tanto, hay necesidad de nuevas formas de envasado de alimentos que eliminen eficazmente dichos PAA. La siguiente invención ha satisfecho estas y otras necesidades.

### Compendio de la invención

La invención proporciona un artículo que comprende una estructura en capas que comprende al menos dos capas:

A) Una primera capa A formada a partir de una composición A que comprende un poliuretano;

5 B) una segunda capa B formada a partir de una composición B que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los siguientes compuestos:

a) un compuesto 1 que comprende al menos un grupo ácido,

b) un compuesto 2 que comprende al menos un grupo anhídrido,

c) un compuesto 3 que comprende al menos un grupo amino primario y/o al menos un grupo amino secundario, y

d) una de sus combinaciones; y

10 en donde el compuesto tiene un peso molecular o peso molecular promedio en número, cada uno menor de 10.000 g/mol y en donde el artículo comprende además un material perecedero.

### Breve descripción de las figuras

15 La figura 1 representa un esquema de una estructura en capas, en el que una capa contiene MDI (metilen-difenil diisocianato), que puede migrar a través de la estructura en capas o hidrolizarse, para formar metilen-difenil-diamina, que es una amina aromática primaria, que también puede migrar a través de la estructura en capas.

La figura 2 es un esquema que representa un laminado formado, en parte, a partir de una película experimental de tres capas.

La figura 3 es un esquema que representa la formación de una bolsa a partir de un laminado.

20 La figura 4 es otro esquema que representa la formación de una bolsa a partir de un laminado, que se formó, en parte, a partir de una película experimental de tres capas.

### Descripción detallada de la invención

Como se expuso anteriormente, la invención proporciona un artículo que comprende una estructura en capas que comprende al menos dos capas:

A) una primera capa A formada a partir de una composición A que comprende un poliuretano;

25 B) una segunda capa B formada a partir de una composición B que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los siguientes compuestos:

a) un compuesto 1 que comprende al menos un grupo ácido,

b) un compuesto 2 que comprende al menos un grupo anhídrido,

c) un compuesto 3 que comprende al menos un grupo amino primario y/o al menos un grupo amino secundario, y

30 d) una de sus combinaciones; y

en donde el compuesto tiene un peso molecular o peso molecular medio en número, cada uno menor de 10.000 g/mol y en donde el artículo comprende además un material perecedero.

La estructura en capas puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

35 En una realización, la composición B que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los siguientes compuestos:

a) un compuesto 1 que contiene al menos un grupo ácido,

b) un compuesto 2 que contiene al menos un grupo anhídrido,

o una de sus combinaciones.

40 En una realización, la composición B que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los siguientes compuestos:

a) un compuesto 1 que contiene al menos un grupo ácido.

En una realización, la composición B que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los siguientes compuestos:

b) un compuesto 2 que contiene al menos un grupo anhídrido.

5 En una realización, la composición B que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los siguientes compuestos:

c) un compuesto 3 que contiene al menos un grupo amino primario y/o al menos un grupo amino secundario.

En una realización, la composición B que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los siguientes compuestos:

c) un compuesto 3 que contiene al menos un grupo amino primario.

10 En una realización, la composición B que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los siguientes compuestos:

c) un compuesto 3 que contiene al menos un grupo amino secundario.

En una realización, la composición B comprende del 1 al 30 por ciento en peso del compuesto, referido al peso de la composición B.

15 En una realización, la composición B comprende del 1 al 20 por ciento en peso del compuesto, referido al peso de la composición B.

En una realización, la composición B comprende del 1 al 10 por ciento en peso del compuesto, referido al peso de la composición B.

20 En una realización, la cantidad de compuesto, en la segunda capa B, es de 1 a 10 por ciento en peso, referido al peso de la segunda capa B.

En una realización, el compuesto tiene un peso molecular o un peso molecular promedio en número inferior a 5.000 g/mol, o inferior a 2.000 g/mol, o inferior a 1.000 g/mol o inferior a 500 g/mol.

En una realización, el compuesto tiene un peso molecular o peso molecular promedio en número de 300 a 10.000 g/mol, más de 300 a 5.000 g/mol, más de 300 a 4.000 g/mol, más de 300 a 3.500 g/mol.

25 En una realización, el compuesto tiene un peso molecular o peso molecular promedio en número de 400 a 10.000 g/mol, más de 400 a 5.000 g/mol, más de 400 a 4.000 g/mol, más de 400 a 3.500 g/mol.

En una realización, el compuesto tiene un peso molecular de 300 a 10.000 g/mol, más de 300 a 5.000 g/mol, más de 300 a 4.000 g/mol, más de 300 a 3.500 g/mol.

30 En una realización, el compuesto tiene un peso molecular promedio en número de 400 a 10.000 g/mol, más de 400 a 5.000 g/mol, más de 400 a 4.000 g/mol, más de 400 a 3.500 g/mol.

35 En una realización, el compuesto tiene un peso molecular promedio en número de 500 a 10.000 g/mol, más de 700 a 5.000 g/mol, más de 1.000 a 4.000 g/mol, más de 1.200 a 3.500 g/mol. En otra realización, el compuesto es un polímero a base de propileno injertado con MAH y/o un polímero a base de etileno injertado con MAH. En otra realización, el compuesto es un polímero a base de etileno injertado con MAH. En otra realización, el compuesto es un polímero a base de propileno injertado con MAH.

40 En una realización, el compuesto tiene un peso molecular promedio en número de 500 a 10.000 g/mol, más de 700 a 5.000 g/mol, más de 1.000 a 4.000 g/mol, más de 1.200 a 3.500 g/mol. En otra realización, el compuesto es un polímero a base de propileno con grupo funcional amino y/o un polímero a base de etileno con grupo funcional amino. En otra realización, el compuesto es un polímero a base de etileno con grupo funcional amino. En otra realización, el compuesto es un polímero a base de propileno con grupo funcional amino.

En una realización, el compuesto comprende menos de, o igual a, 7,0 moles/kg del grupo funcional, referido al peso del compuesto.

En una realización, el compuesto comprende menos de, o igual a, 5,0 moles/kg del grupo funcional, referido al peso del compuesto.

45 En una realización, el compuesto comprende menos de, o igual a, 3,0 moles/kg del grupo funcional, referido al peso del compuesto.

En una realización, el compuesto comprende menos de, o igual a, 2,0 moles/kg del grupo funcional, referido al peso del compuesto.

En una realización, el compuesto comprende al menos un grupo seleccionado entre -CO<sub>2</sub>H, -SO<sub>3</sub>H, -PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub>, hidroxilo aromático, o una de sus combinaciones.

En una realización, el compuesto comprende un grupo ácido.

En una realización, el compuesto comprende un grupo anhídrido.

- 5 En una realización, el compuesto comprende una amina primaria, un grupo de amina secundaria o una de sus combinaciones.

En una realización, el compuesto se selecciona de aminas primarias difuncionales.

Un compuesto puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

- 10 En una realización, la composición B comprende además un polímero B olefínico.

En una realización, el polímero B olefínico está presente en una cantidad de 1 a 50 por ciento en peso, referido al peso de la composición B.

En una realización, el polímero B olefínico está presente en una cantidad del 1 al 30 por ciento en peso, asimismo del 1 al 20 por ciento en peso, asimismo del 1 al 10 por ciento en peso, referido al peso de la composición B.

- 15 En una realización, el polímero B olefínico está presente en una cantidad del 5 al 30 por ciento en peso, asimismo del 5 al 20 por ciento en peso, asimismo del 5 al 10 por ciento en peso, referido al peso de la composición B.

En una realización, el polímero B olefínico tiene un índice de fusión (I<sub>2</sub>) inferior o igual a 15 g/10 min, asimismo inferior o igual a 10 g/10 min in, asimismo inferior o igual a, 5 g/10 min. En otra realización, el polímero B olefínico es un polímero etilénico, asimismo un interpolímero etilénico/α-olefínico, y asimismo un copolímero etilénico/α-olefínico. En la presente memoria se exponen ejemplos de α-olefinas. Para una buena formación de película se prefieren dichos índices de fusión más bajos.

- 20

En una realización, el polímero B olefínico tiene un índice de fusión (I<sub>2</sub>) mayor o igual a 0,1 g/10 min, mayor o igual a 0,2 g/10 min, mayor o igual a 0,5 g/10 min. En otra realización, el polímero B olefínico es un polímero etilénico, asimismo un interpolímero de etileno/a-olefina y asimismo un copolímero de etileno/a-olefina. En el presente documento se exponen ejemplos de α-olefinas.

- 25

En una realización, el polímero B olefínico tiene un índice de fluidez (MFR) menor que, o igual a, 15 g/10 min, asimismo menor o igual a, 10 g/10 min in, asimismo menor que, o igual a 5 g/10 min. En otra realización, el polímero olefínico B es un polímero propilénico. Para una buena formación de película se prefieren dichas fluideces más bajas.

- 30

En una realización, el polímero B olefínico tiene un índice de fluidez (MFR) mayor o igual a 0,1 g/10 min, mayor o igual a 0,2 g/10 min, mayor o igual a 0,5 g/10 min. En otra realización, el polímero olefínico B es un polímero propilénico.

El polímero B olefínico puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

En una realización, el polímero B olefínico es un polímero B etilénico. En otra realización, el polímero B etilénico es un interpolímero de etileno/α-olefina, y asimismo un copolímero de etileno/α-olefina.

- 35 Las α-olefinas incluyen α-olefinas C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>. Ejemplos de α-olefinas incluyen propileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 4-metil-1-penteno, 1-hepteno, 1-octeno, 1-noneno y 1-deceno. Preferiblemente, la α-olefina es propileno, 1-buteno, 1-hexeno o 1-octeno. Los copolímeros preferidos incluyen copolímeros de etileno/propileno (EP), copolímeros de etileno/buteno (EB), copolímeros de etileno/hexeno (EH), copolímeros de etileno/octeno (EO).

- 40 Los ejemplos comerciales de copolímeros adecuados de etileno/α-olefina incluyen, entre otros, plastómeros de poliolefina AFFINITY, elastómeros de poliolefina ENGAGE y resinas de polietileno DOWLEX, todos disponibles en The Dow Chemical Company; Polímeros EXCEED y EXACT disponibles en ExxonMobil Chemical Company; y polímeros TAFMER disponibles en Mitsui Chemical Company.

- 45 En una realización, el polímero B etilénico está presente en una cantidad de 60 a 90, o de 70 a 85 por ciento en peso, referido al peso de la composición B. En otra realización, el polímero B etilénico es un interpolímero de etileno/α-olefina, y además un copolímero de etileno/α-olefina. Ejemplos de α-olefinas se expusieron anteriormente.

En una realización, el polímero B etilénico tiene un índice de fusión (I<sub>2</sub>) de 0,1 a 15 g/10 min, o de 0,2 a 5 g/10 min o de 0,5 a 3 g/10 min. En otra realización, el polímero B etilénico es un interpolímero de etileno/α-olefina, y además un copolímero de etileno/α-olefina. Ejemplos de α-olefinas se expusieron anteriormente.

- 50 En una realización, el polímero B etilénico tiene una densidad de 0,870 a 0,950 g/cc, o de 0,880 a 0,940 g/cc, o de 0,890 a 0,930 g/cc. En otra realización, el polímero B etilénico es un interpolímero de etileno/α-olefina, y además un

copolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina. Los ejemplos de  $\alpha$ -olefinas se expusieron anteriormente.

En una realización, el polímero B etilénico es un interpolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina heterogéneamente ramificado, y además un copolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina heterogéneamente ramificado. Ejemplos de  $\alpha$ -olefinas se expusieron anteriormente.

- 5 El polímero B etilénico puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

Un interpolímero B de etileno/ $\alpha$ -olefina puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

- 10 Un copolímero B de etileno/ $\alpha$ -olefina puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

En una realización, el polímero B olefínico es un polímero B propilénico.

En una realización, el polímero B propilénico tiene un índice de fluidez (MFR) de 0,1 a 10 g/10 min, o de 0,2 a 5 g/10 min o de 0,3 a 3 g/10 min.

- 15 En una realización, el polímero B propilénico tiene una densidad de 0,860 a 0,930 g/cc, o de 0,870 a 0,920 g/cc o de 0,880 a 0,910 g/cc.

Los ejemplos comerciales de polímeros propilénicos adecuados incluyen los polímeros INSPIRE Performance disponibles en The Dow Chemical Company.

El polímero B propilénico puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

- 20 En una realización, la composición B comprende además un LDPE. En otra realización, la composición B comprende un polímero B etilénico, y preferiblemente un interpolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina, y más preferiblemente un copolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina. Las  $\alpha$ -olefinas adecuadas se expusieron anteriormente.

En una realización, el LDPE está presente en una cantidad de 10 a 30 por ciento en peso, referido al peso de la composición B.

- 25 En una realización, el LDPE tiene una densidad de 0,91 a 0,94 g/cc, o de 0,92 a 0,93 g/cc; y un índice de fusión (I2) de 0,1 a 5, o de 0,2 a 2, o de 0,5 a 1 g/10 min.

En una realización, la composición B comprende el polímero B etilénico y el LDPE, y la relación en peso del polímero etilénico al LDPE es de 1 a 5, o de 1,2 a 4, o de 1,5 a 3. En otra realización, el polímero etilénico B es un interpolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina, y además un copolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina. Las  $\alpha$ -olefinas adecuadas se expusieron anteriormente.

- 30

El LDPE puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

En una realización, la composición B comprende del 1 al 10 por ciento en peso del compuesto B, referido al peso de la composición B, un copolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina y un LDPE. En otra realización, el copolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina está presente en una cantidad mayor del 50 por ciento en peso, asimismo mayor del 60 por ciento en peso, referido al peso de la composición B. Las  $\alpha$ -olefinas adecuadas se expusieron anteriormente. En otra realización, el LDPE está presente en una cantidad inferior al 50 por ciento en peso, asimismo inferior al 40 por ciento en peso, referido al peso de la composición B.

- 35

La composición B puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

- 40 La capa B puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

En una realización, el poliuretano de la composición A se forma a partir de al menos un "compuesto que contiene isocianato" y al menos un "compuesto que contiene grupo hidroxilo", donde al menos un "compuesto que contiene el grupo isocianato" tiene un peso molecular menor o igual a 500 g/mol. En otra realización, el "compuesto que contiene isocianato" es un isocianato aromático.

- 45 En una realización, la relación molar inicial de grupos isocianato a grupos hidroxilo es mayor de 1,0.

En una realización, la composición A comprende más de, o igual a, 80 por ciento en peso, o más de, o igual a, 90 por ciento en peso, o más de, o igual a, 95 por ciento en peso, del poliuretano, referido al peso de composición A.

El poliuretano de la composición A puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

La composición A puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

La capa A puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

En una realización, la capa B tiene un espesor de 5 a 50  $\mu\text{m}$  (micras).

5 En una realización, la capa A es una capa exterior.

En una realización, la capa A es una capa interior.

En una realización, el grosor total de la capa A y la capa B es mayor o igual al 40 por ciento del grosor total de la estructura en capas.

En una realización, el grosor de la capa B es mayor o igual al 20 por ciento del grosor total de la estructura en capas.

10 En una realización, la estructura en capas comprende además una tercera capa C formada a partir de una composición C, que comprende un polímero C olefínico funcionalizado, que comprende al menos una unidad monomérica polimerizada, o al menos un agente de funcionalización reaccionado, cada uno de los cuales comprende un grupo funcional seleccionado del grupo que consiste en los siguientes: un grupo ácido, un grupo anhídrido, un grupo amino primario, un grupo amino secundario, un grupo hidroxilo y una de sus combinaciones.

15 En una realización, el grupo funcional del polímero C olefínico funcionalizado se selecciona del grupo que consiste en los siguientes: COOH amina primaria o secundaria, OH aromático, SO<sub>3</sub>H, anhídrido y una de sus combinaciones.

En una realización, el polímero C olefínico funcionalizado de la composición C es un polímero C etilénico funcionalizado.

20 En una realización, el polímero C etilénico funcionalizado tiene un índice de fusión (I<sub>2</sub>) de 0,1 a 50 g/10 min, o de 0,1 a 30 g/10 min, o de 0,1 a 15 g/10 min o de 0,1 a 5 g/10 min.

En una realización, el polímero C etilénico funcionalizado tiene una densidad de 0,88 a 0,94 g/cc o de 0,89 a 0,93 g/cc.

El polímero C olefínico funcionalizado puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en el presente documento.

25 El polímero C etilénico funcionalizado puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

La composición C puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

La capa C puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

30 En una realización, el grosor total de la capa B y la capa C es mayor o igual al 70 por ciento del grosor total de la estructura en capas.

En una realización, la segunda capa B está adyacente al material perecedero.

En una realización, la segunda capa B está adyacente a la primera capa A.

En una realización, la segunda capa B está adyacente a otra capa, que está adyacente al material perecedero.

En una realización, la capa A está situada entre dos capas de película.

35 En una realización, el material perecedero se selecciona de productos alimenticios o productos farmacéuticos.

En una realización, el artículo es un laminado.

En una realización, la estructura en capas comprende además un poliéster, aluminio o una de sus combinaciones.

La estructura en capas puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

40 Una capa dentro de la estructura en capas (por ejemplo, la capa A, la capa B o la capa C) puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

La capa A puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

La capa B puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

La capa C puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

La composición A puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

5 La composición B puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

La composición C puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

Un artículo de la invención puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en la presente memoria.

10 Compuestos funcionalizados (Compuestos de la composición B)

Los compuestos de la composición B incluyen al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los siguientes compuestos:

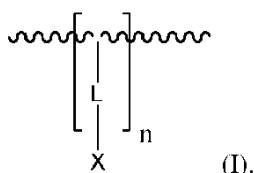
- a) un compuesto 1 que comprende al menos un grupo ácido,
- b) un compuesto 2 que comprende al menos un grupo anhídrido,
- 15 c) un compuesto 3 que comprende al menos un grupo amino primario y/o al menos un grupo amino secundario,
- d) una de sus combinaciones; y

El compuesto 1 (que comprende al menos un grupo ácido) incluye, pero no se limita a, los siguientes compuestos: copolímeros de ácido (met)acrílico y alquil (met)acrilatos, y copolímeros de ácido (met)acrílico y  $\alpha$ -olefinas, tales como etileno o propileno.

20 El compuesto 2 (que comprende al menos un grupo anhídrido) incluye, entre otros, los siguientes compuestos: (co)polímeros de  $\alpha$ -olefinas injertados con anhídrido maleico y (co)polímeros de anhídrido maleico y  $\alpha$ -olefinas.

El compuesto 3 (que comprende al menos un grupo amino) incluye, entre otros, los siguientes compuestos: (co)polímeros de etileno, propileno u óxido de etileno u óxido de propileno terminados en amina, tales como ELASTAMINAS (Huntsman).

25 En una realización, el compuesto se muestra en la estructura I a continuación:



donde la línea ondulada es una cadena de polímero, que puede o no estar ramificada; L es un grupo de enlace y X es un grupo funcional seleccionado de un grupo ácido, un grupo anhídrido o un grupo amino.

En una realización, el compuesto se muestra en la estructura II a continuación:

30  $\text{Y} \text{~~~~~} \text{Y}' \quad \text{(II),}$

donde la línea ondulada es una cadena de polímero, que puede o no estar ramificada; e Y e Y' son cada uno independientemente grupos seleccionados de entre un hidrógeno, un grupo ácido, un grupo anhídrido o un grupo amino, y en donde al menos uno de Y o Y' es un grupo ácido, un grupo anhídrido o un grupo amino.

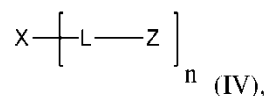
En una realización, el compuesto se muestra en la estructura III a continuación:

35  $\begin{array}{c} \text{Y} \text{~~~~~} \text{Y} \\ | \\ \text{~~~~~} \\ | \\ \text{Y}'' \end{array} \quad \text{(III),}$

donde la línea ondulada es una cadena de polímero, que puede o no estar ramificada; e Y, Y' e Y'' se seleccionan cada uno independientemente de un hidrógeno, un grupo ácido, un grupo anhídrido o un grupo amino, y en donde al menos uno entre Y, Y' o Y'' es un grupo ácido, un grupo anhídrido o un grupo amino.



En una realización, el compuesto se muestra en la estructura IV a continuación:



donde X es cualquier estructura; L es un grupo de enlace y Z es un grupo seleccionado de un grupo ácido, un grupo anhídrido o un grupo amina.

5 Polímero C olefínico funcionalizado

El "polímero C olefínico funcionalizado" es un polímero que comprende lo siguiente: (a) un porcentaje en peso mayoritario de olefina polimerizada, tal como, por ejemplo, unidades monoméricas derivadas de etileno o propileno, y donde el porcentaje en peso está referido al peso del polímero funcionalizado, y (b) al menos un comonomero polimerizado o agente de funcionalización reaccionado, cada uno de los cuales contiene al menos un grupo funcional.

10 Los polímeros olefínicos funcionalizados incluyen, entre otros, polímeros etilénicos funcionalizados y polímeros propilénicos funcionalizados. Algunos grupos polares que sirven como fracción de funcionalización incluyen, por ejemplo, ácido carboxílico (por ejemplo, PE-co-AA, PE-co-MAA) anhídrido maleico (por ejemplo, PE-gr-MAH) y amina.

En una realización, el polímero olefínico funcionalizado comprende al menos un grupo polar, seleccionado de restos tales como ácido carboxílico; anhídrido; ácido dicarboxílico; o amina En otra realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero etilénico funcionalizado. En otra realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero propilénico funcionalizado.

En una realización, el polímero olefínico funcionalizado comprende de 0,1 moles/kg a 8 moles/kg, o de 0,1 moles/kg a 5 moles/kg, o de 0,1 moles/kg a 3,5 moles/kg de grupos funcionales de ácido carboxílico (referidos al peso total de monómeros polimerizables). En otra realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero etilénico funcionalizado. En otra realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero propilénico funcionalizado.

La cantidad de grupo funcional, expresada en moles/kg, se calcula dividiendo el peso del grupo funcional (determinado a partir de moles de grupo funcional en el polímero; por ejemplo, un método de valoración), por kilo de polímero, por el peso molecular del grupo funcional.

La cantidad de grupo funcional también se puede calcular dividiendo el peso de la unidad monomérica polimerizada o del agente de funcionalización reaccionado (o su producto de reacción como el producto de hidrólisis), por kilo de polímero, por el peso molecular de la unidad monomérica polimerizada o de agente de funcionalización reaccionado (o su producto de reacción, como el producto de hidrólisis), seguido de la multiplicación por el número de grupos funcionales por unidad monomérica polimerizada o agente de funcionalización reaccionado (o su producto de reacción, como el producto de hidrólisis).

30 En una realización, el polímero olefínico funcionalizado que comprende unidades derivadas de una olefina y un anhídrido, y preferiblemente anhídrido maleico. En otra realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero etilénico funcionalizado. En otra realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero propilénico funcionalizado.

En una realización, el polímero olefínico funcionalizado tiene una densidad de 0,86 a 0,96 g/cc, o de 0,87 a 0,95 g/cc o de 0,88 a 0,94 g/cc. En otra realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero etilénico funcionalizado. En otra realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero propilénico funcionalizado.

En una realización, el polímero olefínico funcionalizado tiene un índice de fusión (I2: 2,16 kg/190°C) de 0,5 g/10 min a 50 g/10 min, o de 1 g/10 min a 30 g/10 min. En otra realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero etilénico funcionalizado.

40 En una realización, el polímero olefínico funcionalizado tiene un caudal de fusión (MFR: 2,16 kg/230°C) de 0,5 g/10 min a 50 g/10 min, o de 1 g/10 min a 30 g/10 min. En una realización adicional, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero propilénico funcionalizado.

En una realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero etilénico muy ramificado, iniciado por radicales libres, a alta presión, tal como copolímeros de etileno-ácido acrílico (EAA).

45 En una realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero etilénico funcionalizado, seleccionado del grupo que consiste en un copolímero de ácido acrílico y polietileno, un polietileno injertado con anhídrido, un copolímero de etileno y ácido metacrílico y una de sus combinaciones.

En una realización, el polímero olefínico funcionalizado es un polímero etilénico funcionalizado, seleccionado del grupo que consiste en un copolímero de ácido acrílico y polietileno, un polietileno injertado con anhídrido y una de sus combinaciones.

50

Los polímeros funcionales comerciales a base de olefinas adecuados incluyen los polímeros PRIMACOR y AMPLIFY disponibles en The Dow Chemical Company; y otros polímeros comerciales, tales como NUCREL (disponible en DuPont), BYNEL (disponible en DuPont).

5 Un polímero olefínico funcionalizado puede comprender una combinación de dos o más realizaciones adecuadas como se describe en la presente memoria.

Un polímero etilénico funcionalizado puede comprender una combinación de dos o más realizaciones adecuadas como se describe en la presente memoria.

Un polímero propilénico funcionalizado puede comprender una combinación de dos o más realizaciones adecuadas como se describe en la presente memoria.

## 10 Aditivos

En una realización, una composición de la invención comprende al menos un aditivo. Los aditivos adecuados incluyen, entre otros, cargas, antioxidantes, estabilizadores de UV, agentes espumantes, ignífugos, colorantes o pigmentos, agentes antibloqueo, agentes deslizantes y una de sus combinaciones.

15 Los antioxidantes incluyen, entre otros, fenoles impedidos; bisfenoles; y tiobisfenoles; hidroquinonas sustituidas; tris(alquifenil)fosfitos; dialquiltiodipropionatos; fenilnaftilaminas; difenilaminas sustituidas; dialquil, alquilarilo y p-fenilendiaminas sustituidas con diarilo; dihidroquinolinas monoméricas y poliméricas; 2-(4-hidroxi-3,5-t-butilanilina)-4,6-bis(octiltio)1,3,5-triazina; hexahidro-1,3,5-tris- $\beta$ -(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionil-s-triazina; 2,4,6-tris(n-1,4-dimetilpentilfenilendiamino)-1,3,5-triazina; y tris-(3,5-di-t-butil-4-hidroxibencil)isocianurato.

### Definiciones

20 El término "composición", como se emplea en la presente memoria, incluye una mezcla de materiales que comprenden la composición, así como productos de reacción y productos de descomposición formados a partir de los materiales de la composición.

25 El término "polímero", como se emplea en la presente memoria, se refiere a un compuesto polimérico preparado polimerizando monómeros, ya sea del mismo o diferente tipo. El término genérico polímero abarca así el término homopolímero (empleado para referirse a los polímeros preparados a partir de un solo tipo de monómero, entendiéndose que se pueden incorporar pequeñas cantidades de impurezas en la estructura del polímero), y el término interpolímero como se define a continuación.

30 El término "interpolímero", como se emplea en la presente memoria, se refiere a polímeros preparados por polimerización de al menos dos tipos diferentes de monómeros. El término genérico interpolímero, por lo tanto, incluye copolímeros (empleados para referirse a polímeros preparados a partir de dos tipos diferentes de monómeros) y polímeros preparados a partir de más de dos tipos diferentes de monómeros.

La expresión "polímero olefínico", como se emplea en la presente memoria, se refiere a un polímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de olefina, por ejemplo, etileno o propileno (referido al peso del polímero), y opcionalmente puede comprender uno o más comonómeros.

35 La expresión "polímero etilénico", como se emplea en la presente memoria, se refiere a un polímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de etileno (referido al peso del polímero), y opcionalmente puede comprender uno o más comonómeros.

40 La expresión "grupo funcional", como se emplea en la presente memoria, se refiere a un sustituyente químico que contiene al menos un heteroátomo. Un heteroátomo se define como un átomo que no es carbono o hidrógeno. Los heteroátomos habituales incluyen, entre otros, oxígeno, nitrógeno, azufre y fósforo.

La expresión "polímero olefínico funcionalizado", como se emplea en la presente memoria, se refiere a un polímero olefínico que comprende al menos un grupo químico (sustituyente químico), unido por un enlace covalente, que comprende al menos un heteroátomo. Un heteroátomo se define como un átomo que no es carbono o hidrógeno. Los heteroátomos habituales incluyen, entre otros, oxígeno, nitrógeno, azufre y fósforo.

45 La expresión "polímero etilénico funcionalizado", como se emplea en la presente memoria, se refiere a un polímero etilénico que comprende al menos un grupo químico (sustituyente químico), unido por un enlace covalente, que comprende al menos un heteroátomo. Un heteroátomo se define como un átomo que no es carbono o hidrógeno. Los heteroátomos habituales incluyen, entre otros, oxígeno, nitrógeno, azufre y fósforo.

50 La expresión "polímero propilénico funcionalizado", como se emplea en la presente memoria, se refiere a un polímero propilénico que comprende al menos un grupo químico (sustituyente químico), unido por un enlace covalente, que comprende al menos un heteroátomo. Un heteroátomo se define como un átomo que no es carbono o hidrógeno. Los heteroátomos habituales incluyen, entre otros, oxígeno, nitrógeno, azufre y fósforo.

5 La expresión "unidad monomérica polimerizada que comprende un grupo funcional (por ejemplo, ácido acrílico copolimerizado y anhídrido maleico copolimerizado)", como se emplea en la presente memoria, se refiere a una unidad química en un (co/inter)polímero que consiste en un comonomero funcional polimerizado, que se usó en la reacción de polimerización, y que comprende un grupo funcional como se definió anteriormente. El grupo funcional puede haber sido modificado durante o después de la reacción de polimerización (por ejemplo: hidrólisis de una unidad de anhídrido maleico para formar un ácido dicarboxílico).

10 La expresión "agente de funcionalización reaccionado que comprende un grupo funcional (por ejemplo, MAH injertado a polímero, grupo amino terminal)", como se emplea en la presente memoria, se refiere a una unidad química que contiene un grupo funcional, como se definió anteriormente, y que no formaba parte de una unidad monomérica polimerizada. Esto incluye copolímeros de injerto, por ejemplo, la unidad de anhídrido succínico de PE-g-MAH, y (co)polímeros funcionalizados en el terminal como el grupo amino terminal de polioxialquilenamina. El grupo funcional puede haber sido modificado durante o después de la reacción de funcionalización (por ejemplo: hidrólisis de una unidad de anhídrido maleico para formar un ácido dicarboxílico).

15 La expresión "material perecedero", como se emplea en la presente memoria, se refiere a materia orgánica que puede estropearse o descomponerse, o que tiene una disminución en la actividad de uno o más de sus componentes activos.

"Compuesto que contiene isocianato" se refiere a un compuesto orgánico o polímero que contiene al menos un grupo isocianato.

"Compuesto que contiene hidroxilo" se refiere a un compuesto orgánico o polímero que contiene al menos un grupo hidroxilo.

20 Los términos "que comprende", "que incluye", "que tiene" y sus derivados, no pretenden excluir la presencia de ningún componente, etapa o procedimiento adicional, independientemente de si el mismo se describe específicamente o no. Para evitar cualquier duda, todas las composiciones reivindicadas mediante el uso de la expresión "que comprende" pueden incluir cualquier aditivo, adyuvante o compuesto adicional, ya sea polimérico o no, a menos que se indique lo contrario. En cambio, la expresión "que consiste esencialmente en" excluye del alcance de cualquier lectura posterior cualquier otro componente, etapa o procedimiento, excepto los que no son esenciales para la operatividad. La expresión "que consiste en" excluye cualquier componente, etapa o procedimiento no específicamente delineado o listado.

#### Métodos de ensayo

La densidad del polímero se mide según la norma ASTM D-792-08.

#### 30 Índice de fusión

El índice de fusión (I2) de un polímero etilénico se mide de acuerdo con ASTM D-1238-10, condición 190°C/2,16 kg. El índice de fusión (I5) de un polímero etilénico se mide según la norma ASTM D-1238-10, condición 190°C/5,0 kg. El índice de fusión (I10) de un polímero etilénico se mide según la norma ASTM D-1238-10, condición 190°C/10,0 kg. El alto índice de fusión de carga (I21) de un polímero etilénico se mide según la norma ASTM D-1238-10, condición 190°C/21,0 kg. Para los polímeros propilénicos, el índice de fluidez (MFR) se mide según la norma ASTM D-1238-10, condición 230°C/2,16 kg.

#### Cromatografía de penetración en gel (GPC)

40 Las mediciones de GPC convencionales se pueden emplear para determinar el peso molecular medio en peso (Mw) y medio en número (Mn) de los polímeros y polímeros funcionales (compuestos), como se describe en la presente memoria, y para determinar el MWD (= Mw/Mn). Las muestras se analizaron con un instrumento de GPC de alta temperatura (Polymer Laboratories, Inc. modelo PL220).

45 El método emplea el conocido método de calibración universal basado en el concepto de volumen hidrodinámico, y la calibración se realiza utilizando patrones estrechos de poliestireno (PS) junto con 4 columnas A mixtas de 20 µm (PLgel Mixed A de Agilent (anteriormente Polymer Laboratory Inc.)) operando a una temperatura del sistema de 140°C. Las muestras se preparan a una concentración de "2 mg/ml" en disolvente 1,2,4-triclorobenceno. El caudal es de 1,0 ml/min, y el tamaño de la inyección es de 100 microlitros.

50 La determinación del peso molecular se deduce utilizando patrones de poliestireno de distribución de peso molecular estrecha (de Polymer Laboratories), junto con sus volúmenes de elución. Los pesos moleculares equivalentes de polietileno se determinan utilizando los coeficientes de Mark-Houwink apropiados para polietileno y poliestireno (como se describe en Williams y Ward en Journal of Polymer Science, Polymer Letters, vol. 6, (621) 1968) para obtener la siguiente ecuación:

$$M_{\text{polietileno}} = a * (M_{\text{poliestireno}})^b$$

En esta ecuación, a = 0,4316 y b = 1,0. El peso molecular promedio en peso (Mw) y el peso molecular promedio en

número (Mn) se calculan de la manera habitual. Por ejemplo, Mw se calcula (empleando un programa informático, por ejemplo, Viscotek TriSEC versión 3.0) según la siguiente fórmula:  $M_w = \sum w_i \times M_i$ , donde  $w_i$  y  $M_i$  son la fracción en peso y el peso molecular, respectivamente, de la fracción iésima eluida de la columna GPC. Si es necesario, las muestras pueden siliarse o esterificarse antes del análisis por GPC. Un procedimiento de siliación adecuado se describe en la referencia "Williams and Ward".

5

Parte experimental

Algunos de los polímeros utilizados en las estructuras de película de este estudio se muestran en la tabla 1. Uno o más estabilizadores, agentes antibloqueo y/o agentes de deslizamiento se suelen agregar a cada polímero en cantidades de ppm.

10

Tabla 1: Polímeros utilizados para la fabricación de películas.

Materiales	Densidad (g/cc)	MI (g/10 min)
DOWLEX 2056G	0,919-0,921	0,95-1,05
AFFINITY PL1881G*	0,901-0,906	0,75-1,25
DOWLEX 5056.01G**	0,919-0,923	0,9-1,20
DOW LDPE 310E	0,922-0,925	0,65-0,85
DOW LDPE 312E	0,922-0,925	0,65-0,85
LDPE 1	0,918-0,922	0,52-0,78
INSPIRE 114	0,900	0,35-0,65
* Copolímero de etileno/octeno ** Copolímero de etileno/octeno MI (índice de fusión; I2) PE = 190°C/2,16 kg MI (índice de fusión; I2) PP = 230°C/2,16kg		

Otros materiales utilizados para la fabricación de películas se muestran en la tabla 2.

Tabla 2: Otros materiales utilizados para la fabricación de películas

Materiales	Fabricante	Estructura/composición	Densidad
Hostaphan RNK (PET) espesor ~ 12 µm	Mitsubishi	Tereftalato de polietileno	0,971-0,921
Hoja de Al blanda Grado Laminación espesor ~ 12 µm	AMCOR (Alcan)	hoja de aluminio	0,9235
AB MB (Masterbatch Antibloqueo)		80 % en peso de poliolefina con una densidad de aproximadamente 0,90 g/cc	
		Sílice (SiO <sub>2</sub> ) 20% en peso	
ELASTAMINA RP-405	Huntsman	Amina primaria difuncional (Mn aprox. 440 g/mol) 4,55 moles de amina calculados por kg de compuesto	No aplicable (NA)

15

PRIMACOR 3440 = copolímero de etileno/ácido acrílico disponible de Dow Chemical. Mn = 14.500; Mw = 75.000 (GPC). Contenido de ácido acrílico = 9,7% en peso. Moles calculados de grupo funcional por kilo = 1,35 moles de COOH/kg de polímero.

20

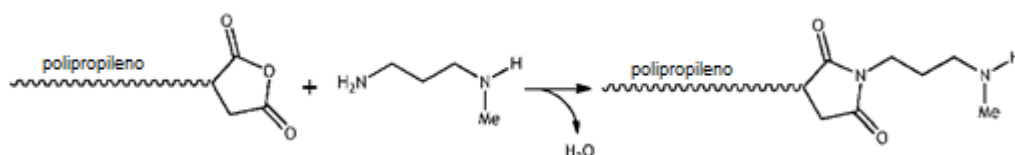
AC-575P = copolímero de etileno/anhídrido maleico disponible de Honeywell; densidad de 0,92 g/cc (ASTM D-505), viscosidad (Brookfield) a 140°C de 4.200 cps, número de saponificación de 35 mg de KOH/g (357-OR-1). Número de saponificación unido = 33 mg de KOH/g. Contenido calculado de anhídrido maleico = 2,9% en peso. Moles calculados de grupo funcional por kilo = 0,294.

BHX-10088 = polipropileno terminado en anhídrido maleico, índice de acidez = 40 mg de KOH/g. Contenido calculado de anhídrido maleico = 3,5% en peso. Moles calculados de grupo funcional por kilo = 0,356.

Amina-t-PP = Una resina de polipropileno con grupo funcional amina alifática secundaria. Producto de reacción de BHX-10088 y 3-metilamino (propilamina). Moles calculados de grupo funcional por kilo = 0,356; Mn = 2.500 g/mol.

5 AMPACET 10063 = agente antibloqueo de Ampacet.

*Síntesis de polipropileno/amina terminado en anhídrido maleico "Amina-t-PP"*



10 A un matraz de fondo redondo de tres bocas y 1 litro, equipado con agitación por arriba, trampa Dean-Stark y entrada de nitrógeno, se añadieron 450 ml de xileno (Aldrich nº 294780) y 250 g de Baker Hughes BHX-10088 (polipropileno terminado en anhídrido maleico) . El contenido se calentó y se agitó bajo una ligera corriente de nitrógeno, hasta que todos los sólidos se disolvieron, y luego la temperatura y la corriente se aumentaron para "formar un azeótropo" al menos 20 ml de líquido, para eliminar el agua y conducir el material a la forma anhídrido. La temperatura de reacción se redujo a 90°C, y luego se añadieron al matraz tres equivalentes (25 g) de N-metil-1,3-propanodiamina (Aldrich nº 127027). Se dejó seguir la reacción durante al menos una hora, luego se aumentó la temperatura a 120°C y se permitió que la reacción continuara durante varias horas. La solución de reacción se muestreó mediante FTIR para confirmar la terminación de la reacción, y el producto se aisló por precipitación en metanol en exceso agitado en un vaso de precipitados grande de plástico. Se dejaron sedimentar los sólidos, el líquido se decantó, luego se añadió más metanol con agitación. Una vez más, después de la sedimentación, el líquido se decantó y la suspensión restante se filtró usando un montaje embudo Buchner/aspirador/papel de filtro /. Los sólidos se transfirieron a una sartén forrada con una fina lámina de TEFLON y se secaron en una estufa a 50°C, al vacío, durante la noche. Una pequeña muestra de material seco se disolvió en tolueno caliente, y se analizó por FTIR nuevamente para caracterizar el producto final. La conversión de anhídrido a imida se confirmó haciendo un seguimiento de la frecuencia de estiramiento de carbonilo en FTIR (anhídrido ~1790 cm<sup>-1</sup> → imida ~1.710 cm<sup>-1</sup>).

Los adhesivos de poliuretano (adhesivos de laminación) se muestran en la tabla 3.

25 Tabla 3: Adhesivos de laminación

Adhesivo	Fabricante	Detalles
MORFREE 698A + C79	DOW	Sistema adhesivo de poliuretano de dos componentes sin disolvente
ADCOTE L719 + CR719C	DOW	Adhesivo de poliuretano a base de disolvente de dos componentes
ADCOTE 811A + Catalizador 9L10	DOW	Sistema adhesivo de poliuretano de dos componentes a base de disolvente, a base de isocianatos alifáticos

Estudio I

Método para preparar material compuesto

Los materiales compuestos para la fabricación de películas se muestran en la tabla 4.

30

Tabla 4: Materiales compuestos

ConcElast	90 % en peso DOWLEX 5056G + 10% en peso ELASTAMINE RP-405
ConcElastRet	90 % en peso INSPIRE D114 + 10% en peso ELASTAMINE RP-405

5 El ConcElast se produjo al combinar 90% en peso de DOWLEX 5056G con 10% en peso de ELASTAMINE RP-405 en un Buss Kneader Compounder MDK/E46. Las temperaturas en las tres zonas del equipo fueron 110, 185 y 200°C, respectivamente. La producción total fue de 5 kg/h.

El ConcElastRet se produjo al combinar 90% en peso de INSPIRE 114 con 10% en peso de ELASTAMINE RP-405 en un Buss Kneader Compounder MDK/E46. Las temperaturas en las tres zonas del equipo fueron 110, 220 y 250°C, respectivamente. La producción total fue de 5 kg/h.

Películas en capas

10 En las tablas 5A y 5B se muestran tres estructuras de película en capas. Todos los porcentajes son porcentajes en peso referidos al peso de la composición utilizada para formar la capa de película. Los componentes utilizados para formar cada capa de película se mezclaron en seco antes de la extrusión. A continuación, se analiza el proceso de fabricación de la película.

Tabla 5A: Estructuras de película multicapa a base de polietileno (% en peso)

	10 µm	30 µm	10 µm
Nombre	Capa selladora	Capa central	Capa interior
PE-Ref 1	P11881G + 20% LD312	80% 5056.01G + 20% LD312	79,5% 5056.01G + 20% LD310 + 0,5% AB MB
PE-Iso 1	P11881G + 20% LD312	80% 5056.01G + 20% LD312	40% ConcElast (417469) + 39,5% 5056.01G + 20% LD310 + 0,5% AB MB

15

Tabla 5B: Estructuras de película multicapa a base de polipropileno (% en peso)

Nombre	10 µm	30 µm	10 µm
	Capa selladora	Capa central	Capa interior
PP-Ref 1 (PP de referencia)	INSPIRE 114	INSPIRE 114	INSPIRE 114 + 0,5% AB MB
PP-Iso 1	INSPIRE 114	INSPIRE 114	40% ConcElastRet + 59,5% INSPIRE 114 + 0,5% AB MB

Fabricación de películas

20 Las películas se fabricaron en una línea de película soplada de coextrusión ALPINE de tres capas. La línea estaba equipada con dos extrusoras de 50 mm (de 30 D de longitud) y una extrusora de núcleo de 65 mm (también de 30 D de longitud). La línea estaba equipada con una bobinadora en tándem y un dispositivo de tratamiento corona. El diámetro del molde era de 200 mm, con un hueco de troquel típico de 1,5 mm. Las temperaturas de calentamiento de la extrusora y del molde se muestran en la tabla 6. Las condiciones individuales de la extrusora (espesor de la capa, rpm, carga del motor, temperatura de fusión y presión) se muestran en la tabla 7. Las extrusoras se operaron a una  
 25 producción total de 80 kg/h. y la velocidad inicial fue de 17,7 m/min, para conseguir un espesor total de 50 µm (micras). Las películas se trataron en corona a 40 dinas/cm.

El espesor de cada capa se determinó principalmente por la relación de los rendimientos de las diferentes extrusoras. Por ejemplo, si el espesor total de la película es de 90 µm (micras) y las tres extrusoras tienen salidas iguales, entonces cada capa será de 30 µm (micras). El espesor total de la película se midió en línea usando un detector de perfil  
 30 KUNDIG K-300 ECO (basado en el principio de medición de capacitancia para materiales no conductores).

Tabla 6: Temperaturas de calentamiento de la extrusora y de la matriz

	Temperatura (°C)
Extrusora A	200 - 240
Extrusora B	200 - 235
Extrusora C	195 - 225
Molde	235

Tabla 7: Parámetros de extrusión

Extrusora A	Velocidad de tornillo	25,4 rpm
	Temperatura de fusión	229°C
Extrusora B	Velocidad de tornillo	29,9 rpm
	Temperatura de fusión	232°C
	Presión de fusión	21,7 MPa (217 bar)
Extrusora C	Velocidad de tornillo	25,2 rpm
	Temperatura de fusión	213°C
	Presión de fusión	19 MPa (190 bar)

5 Preparación de prelaminados [PET-PU1-AI]

El adhesivo de poliuretano (PU1; véase más abajo) se preparó combinando el componente de poliisocianato con el componente de polioliol. Inmediatamente después de combinar el componente de poliisocianato con el componente de polioliol, la mezcla adhesiva (a temperatura ambiente) se alimentó a continuación a los rodillos de huecograbado de laminación de un laminador piloto Nordmeccanica. El adhesivo mixto se aplicó luego a una tela primaria (PET) tratada en corona "en línea", con una cobertura de 3 a 4 g/m<sup>2</sup>, (o 1 a 1,2 lbs) por resma. La tela recubierta se secó, en la sección de secado del laminador, para evaporar el disolvente hasta un contenido de disolvente residual de menos de 10 mg/m<sup>2</sup>. A continuación, la tela primaria recubierta con adhesivo se acopló a la tela secundaria (AI) para formar una película prelaminada, y luego esta película prelaminada se cortó a 60°C y se arrolló en el rodillo de acabado en la laminadora piloto Nordmeccanica. Los prelaminados se mantuvieron a 45°C para el curado final durante siete días.

10

15 Preparación de laminados [Estructura de película multicapa (Selladora-Central-Interior) -PU2- (AI-PU1-PET)]

Un prelaminado, como se expuso anteriormente, se laminó sobre una estructura de película multicapa (véanse las Tablas 5A y 5B) usando un adhesivo de poliuretano (PU2), para formar un laminado. El sustrato primario era un prelaminado "PET-Alu", como se expuso anteriormente, y el sustrato secundario era una película multicapa como se indica en las tablas 5A y 5B.

20

Quando se usó un poliuretano sin disolvente como adhesivo (PU2; véase más abajo), este adhesivo se usó inmediatamente después de combinar el componente de poliisocianato con el componente de polioliol. El adhesivo (a temperatura ambiente) se alimentó luego al rodillo de recubrimiento del laminador piloto Nordmeccanica (rodillos medidos ajustados entre 40°C y 45°C). El adhesivo mixto se aplicó a continuación a la tela primaria (prelaminada) tratada en corona "en línea" con una cobertura de 1,6 a 2,2 gramos por metro cuadrado (o 1 a 1,2 libras) por resma. A continuación, la tela primaria recubierta con adhesivo se acopló a la tela secundaria (estructura de película multicapa), que también había sido tratada en corona "en línea", para formar una película laminada. Esta película laminada se cortó y enrolló en el rodillo de acabado en la laminadora piloto Nordmeccanica. Los laminados se almacenaron a temperatura ambiente.

25

30

Quando se usó un poliuretano a base de disolvente como adhesivo (PU2; véase más abajo), este adhesivo se usó inmediatamente después de combinar el componente de poliisocianato con el componente de polioliol. La mezcla adhesiva (a temperatura ambiente) se alimentó luego a los rodillos de huecograbado del laminador piloto Nordmeccanica. El adhesivo mixto se aplicó luego a una tela primaria (prelaminada) tratada en corona "en línea" con una cobertura de 3 a 4 g/m<sup>2</sup>, (o 1 a 1,2 lbs) por resma. La tela recubierta se secó en la sección de secado del laminador

5 para evaporar el disolvente hasta un contenido residual de disolvente inferior a 10 mg/m<sup>2</sup>. A continuación, la tela primaria recubierta con adhesivo se acopló a la tela secundaria (estructura de película multicapa), que también se había tratado en corona "en línea" para formar una película laminada. Esta película laminada se cortó a 60°C y se enrolló en el rodillo de acabado en la laminadora piloto Nordmeccanica. Las condiciones de laminación para el adhesivo se muestran en la tabla 8. Los laminados se almacenaron a temperatura ambiente. En la figura 2 se muestra un esquema de una estructura laminada final.

Tabla 8: Condiciones de laminación para el adhesivo

	Detalles	Adhesivo Usado	Espesor del adhesivo utilizado - película final	Condiciones de laminación
Prelaminado	PET (12 µm (micras)) + Al (12 µm (micras))	ADCOTE 811A a base de disolvente + Catalizador 9L10 (PU1)	3,5 g/m <sup>2</sup>	Velocidad: 50 m/min Temperatura del túnel: 80°C/80°C/80°C en 3 secciones Temperatura de laminación 60°C
Laminados Experimentales	Prelaminado + Películas experimentales a base de PE (véase tabla 2)	MORFREE 698A + C79 (PU2) sin disolvente	2,1 g/m <sup>2</sup>	Velocidad de la máquina: 50 m/min. Temperatura del adhesivo: 40°C; Temperatura de laminación: 45°C;
	Prelaminado + Películas experimentales a base de PP (véase tabla 2)	ADCOTE L719 + CR719C a base de disolvente (PU2)	3 g/m <sup>2</sup>	Velocidad de la máquina: 30 m/min. Temperatura del túnel: 80°C/80°C/80°C; Temperatura de laminación: 60°C

Preparación de laminado para datos de adherencia

10 Una vez almacenados los laminados a temperatura ambiente durante los períodos de tiempo mostrados en las tablas 9 y 10, se cortaron dos tiras de "15 mm" de ancho del rollo de laminado terminado, y se generaron datos de adherencia de cada tira en el medidor de tracción INSTRON, utilizando una velocidad de separación de "100 mm/minuto".

15 Se realizaron ensayos de despegue extensible según la norma ASTM D1876 (ASTM International, West Conshohocken, PA, EE. UU.). La velocidad de separación fue de 100 mm/min, y la anchura de la muestra era de 15 mm. Los datos de adherencia comunicados son el promedio de dos muestras analizadas (equipo básico INSTRON. El prelaminado PET/Al se mantuvo en la mordaza superior (mordaza fija) y las películas experimentales en la mordaza inferior (mordaza móvil). Los resultados se comunicaron como "Se requiere una fuerza de N/15 mm para despegar el laminado". Los resultados se muestran en las tablas 9 y 10. Los modos de fallo se abrevian como se indica a continuación.

20 Abreviaturas de modos de fallo:

KoK: fallo cohesivo en adhesivo,

KPE: adhesivo sobre PE,

KPE/Alu: adhesivo sobre PE y Alu,

ta: el adhesivo permanece pegajoso,

25 l.ta: el adhesivo permanece ligeramente pegajoso, y

str: tramo de película.



Tabla 9: Datos de resistencia de la adherencia para películas experimentales a base de PE funcionales ácidas

nº	Adhesivo utilizado para laminación	Tela primaria	Tela secundaria (películas experimentales)	Fuerza de adherencia [N/15mm] 2º día
1	MOR-FREE 698A + C79 Relación de mezcla 100: 50 Peso de la capa: 2 g/m <sup>2</sup>	Pre-estructura PET- Alu	PE-Ref 1 + Corona (Película de referencia)	6.3 KPE str
2		Pre-estructura PET- Alu	PE - Iso 1 + Corona	1.3 Kalu

Tabla 10: Datos de resistencia de la adherencia para películas experimentales a base de PP funcionales ácidas

nº	Producto	Tela primaria	Tela secundaria (Películas experimentales - España)	Fuerza de adherencia [N/15mm] 10º día
3	ADCOTE L719 + CR 719C4 100:2,5 Peso de la capa: 3,6 g/m <sup>2</sup>	Preestructura PET-Alu	PP - Ref. 1 + Corona (Película de referencia)	11,7 Kalu
4		Preestructura PET-Alu	PP - Iso 1 + Corona	10,0 Kalu

5 Para las películas a base de PE, se midió la fuerza de la adherencia después de dos días, y se observaron los modos de fallo correspondientes. Se mantuvo una fuerza de adherencia adecuada para las películas de la invención nº 2 - "PE-Iso1".

10 Para las películas a base de PP, la fuerza de la adherencia se midió después de diez días y se observaron los modos de fallo correspondientes. Se mantuvo una fuerza de adherencia adecuada para las películas de la invención nº 4 - "PP-Iso 1".

#### Preparación de la bolsa y medición de la concentración de PAA

15 La concentración de aminas aromáticas primarias (PAA), por ejemplo, MDA (metilendifenildiamina) y TDA (toluendiamina/metilfenildiamina), en un simulador de alimentos, se analizaron por diazotación de los PAA, de modo que la concentración de PAA pudo determinarse por colorimetría. Las aminas aromáticas existentes en la solución de ensayo se diazotaron en una solución de cloruro, y posteriormente se acoplaron con dihidrocloruro de N-(1-naftil)-etilendiamina, dando una solución violeta. El enriquecimiento del color se realiza con una columna de extracción en fase fija. La cantidad de PAA se determina por fotometría a una longitud de onda de 550 nm. La concentración de PAA se anota como "equivalentes de hidrocloreuro de anilina" y se comunica como "microgramos de hidrocloreuro de anilina por 100 ml (o 50 ml) de simulador de alimentos para un área de 4 dm<sup>2</sup> de superficie interior de la bolsa (capa selladora)".

20 Se prepararon laminados como se describió anteriormente. Cada bolsa se formó cortando una tira de aproximadamente "28 cm x 16,3 cm", desde la sección media (ancho) del laminado. Cada tira se dobló para formar una superficie de "14 cm x 16,3 cm", y el termosellado de un borde de aproximadamente "1 cm" a lo largo de cada borde longitudinal abierto de la tira doblada se selló con calor, para formar una bolsa de "14 cm x 14,3 cm", excluyendo los bordes termosellados (véase la figura 3). La estructura de la película de una pared de la bolsa, desde la capa interior hasta la capa exterior, era la siguiente: Interior: estructura de película multicapa (Selladora-Central-Interior) - PU2 - (Al-PU1-PET); Exterior. El equipo utilizado para termosellar los bordes fue un Brugger HSG-C. Las condiciones de sellado para laminados a base de PE fueron de 0,13 MPa (1,3 bar), 130°C. Las condiciones de sellado para los laminados fueron de 0,15 MPa (1,5 bar), 160°C.

30 Se usaron cuatro bolsas (dos espacios en blanco y dos bolsas de ensayo), cada una con una superficie interna de aproximadamente "14,0 cm x 14,3 cm" para cada película de la invención en este estudio (véase la figura 4). Para las bolsas a base de PE, cada bolsa se formó después de dos días desde el momento de la formación del laminado

respectivo. Para las bolsas a base de PP, cada bolsa se formó después de dos y tres días desde la formación del laminado respectivo. Se prepararon dos bolsas de ensayo para cada día y dos bolsas en blanco por día de cada laminado. Antes de formar una bolsa, el laminado se almacenó a temperatura ambiente en atmósfera ambiente.

5 Cada bolsa se llenó con "100 ml" de ácido acético acuoso al 3% (= simulador de alimentos). Estas bolsas se almacenaron a 70°C, en un horno con circulación de aire, durante dos horas. Después de enfriar la solución de ensayo (contenido de la bolsa) a temperatura ambiente, se mezclaron "100 ml" de solución de ensayo con "12,5 ml" de solución de ácido clorhídrico (1 N) y "2,5 ml" de solución de nitrito de sodio (0,5 g por 100 ml de solución), y el contenido se dejó reaccionar durante diez minutos. Se añadió sulfamato de amonio (5 ml; 2,5 g por 100 ml de solución acuosa) y se dejó reaccionar durante diez minutos. Se añadió un reactivo de acoplamiento (5 ml; 1 g de dihidrocloruro de N-(1-naftil)-etilendiamina por 100 g de solución acuosa), y se dejó reaccionar durante 120 minutos. Después de cada adición, la mezcla resultante se agitó con una varilla de vidrio. Para las "bolsas del blanco", se mezclaron "100 ml" de la solución de ensayo con los reactivos de derivación como se expuso anteriormente, excepto para el nitrito de sodio.

15 La solución se concentró por elución a través de una columna de extracción en fase sólida de ODS (fase inversa de ODS, C18 con extremos protegidos), y se midió la extinción a 550 nm, usando un espectrofotómetro Lambda (de Perkin Elmer).

20 La columna se acondicionó utilizando, en primer lugar, "12 ml" de metanol, luego "12 ml" de disolvente de elución y luego "12 ml" de solución acuosa de ácido clorhídrico (0,1 N). Cada muestra modificada se añadió a la columna usando un vaso de precipitados de vidrio que se enjuagó previamente dos veces con 3 ml de solución acuosa de ácido clorhídrico (0,1 N). La columna se sometió a una extracción al vacío (aproximadamente 2,5 mm Hg), para eliminar todo el enjuague, durante un minuto. Luego se añadieron a la columna "5 ml" de disolvente de elución, y esta etapa se repitió hasta que se recogieron "10 ml" de eluyente. La extinción (absorción) del eluyente se midió en una "cubeta de 4 cm" a 550 nm.

25 Para determinar la concentración de PAA, se midió la extinción del producto de reacción a 550 nm, en una cubeta de 4 cm, frente a la solución de reactivo del blanco y una serie de patrones con concentraciones conocidas de hidrocloreuro de anilina, que se procesaron en paralelo. Los resultados se muestran en las tablas 11 y 12.

Tabla 11: Datos de descomposición de la amina aromática primaria (PAA) - Laminados experimentales a base de PE

nº	Adhesivo utilizado para laminación	Tela primaria	Tela secundaria (películas experimentales)	Amina Aromática Primaria (PAA) 2º día
1	MOR-FREE 698A + C79 Relación de mezcla 100:50 Peso de la capa: 2 g/m <sup>2</sup>	Pre-estructura PET-Alu	PE-Ref 1 + Corona (Película de referencia)	7,97 µg/50ml
2		Pre-estructura PET-Alu	PE - Iso 1 + Corona	1,55 µg/50ml

Tabla 12: Datos de descomposición de PAA - Laminados experimentales a base de PP

nº	Producto adhesivo utilizado	Tela primaria	Tela secundaria (Películas experimentales - España)	2º día	3º día
3	ADCOTE L719 + CR 719C4 100:2,5 Peso del revestimiento: 3.6 g/m <sup>2</sup>	Pre-estructura PET-Alu	PP - Ref. 1 + Corona (Película de referencia)	30,9 µg/50ml	24,4 µg/50ml
4		Pre-estructura PET-Alu	PP - Iso 1 + Corona	0,24 µg/100ml	no detectable

30 Para las estructuras a base de PE, la concentración de PAA en el simulador de alimentos se midió después de dos días. La estructura de la invención nº 2 mostró una mejor reducción de PAA después de dos días en comparación con la estructura de referencia 1.

35 Para las estructuras a base de PP, la concentración de PAA en el simulador de alimentos se midió en función del tiempo (2º y 3º días). La estructura de la invención nº 4 (a saber, PP-Iso 1) mostró una mejor reducción de PAA en

comparación con la estructura de referencia 3, y no mostró PAA en el simulador después de dos días.

#### Estudio II Más películas

5 La composición se realizó antes de preparar las mezclas de las resinas funcionales en las formulaciones DOWLEX/LDPE. Las muestras se combinaron usando una extrusora de doble tornillo Werner & Pfleiderer de 30 mm, una máquina de nueve barriles, L/D 28:1. El impulsor tenía un motor de 15 HP con una velocidad máxima de tornillo de 500 RPM. El extrusor tenía seis zonas de control de temperatura, incluido el molde, y se enfrió con agua en el cuello de alimentación y con aire para los barriles 2-9. El molde era un molde normal de 2 agujeros de "3,2 mm". El baño de agua tenía una longitud de 3,2 m (10,5 pies), con secadores de filamentos de hebra de rodamiento estanco Huestis en el extremo. La granuladora era un modelo 304 de Conair-Jetro. La extrusora se alimentó usando 10 alimentadores de un solo tornillo, de pared flexible, Accurate, "loss-in-weight", con un controlador 8000. Las temperaturas del barril del extrusor se fijaron como se muestra en la tabla 13.

15 Una vez que la temperatura del barril alcanzó un estado estable, se encendió la extrusora y la velocidad del tornillo se incrementó gradualmente y se fijó en aproximadamente 300-350 revoluciones por minuto. Las mezclas de gránulos se hicieron en seco en una bolsa de plástico, según el porcentaje en peso en la tabla 15, y los gránulos mezclados se alimentaron al cuello del extrusor de 30 mm mediante el alimentador Accurate loss-in-weight. La velocidad de alimentación de un alimentador loss-in-weight se ajustó a la velocidad deseada (kg/h) ((lb/h)). Una vez extruidos los gránulos, se enfriaron dos hebras que se formaban a la salida del molde en un baño de agua. Se usó la granulación de hebras para el muestreo durante la composición.

Tabla 13. Puntos de ajuste de temperatura para la composición

Puntos de ajuste de temperatura	70% DOWLEX 2056G + 20% LDPE + 10% AC-575P	90% INSPIRE 114 + 10% BHX-10088*	90% INSPIRE 114 + 10% de amina-t-PP
Zona nº1	160	160	160
Zona nº 2	225	225	225
Zona nº 3	230	230	230
Zona nº 4	230	230	230
Zona nº 5	230	230	230
Temp. del molde	230	230	230

\* Mn = 1.850 g/mol, Mw = 3.880 g/mol (GPC).

20 Para las mezclas que contienen las resinas no funcionales, las resinas se mezclaron en seco en las proporciones que se muestran en la tabla 15, poco antes de la fabricación de la película.

#### Fabricación de películas

25 Las películas se fabricaron en una línea de película soplada con coextrusión LAB TECH de cinco capas. La línea estaba equipada con dos extrusoras de "25 mm" para los revestimientos y tres extrusoras para el núcleo de "20 mm" (todas de 30 D de longitud). La línea estaba equipada con una bobinadora de doble superficie, con capacidad de corte, pero sin dispositivo de tratamiento corona. El diámetro del molde era de 75 mm, con un espacio para el molde típico de 2,0 mm. La temperatura de calentamiento de la extrusora para cada una de las extrusoras A-E varió de 190°C a 200°C, y la temperatura de calentamiento del molde fue de 235°C. Las condiciones individuales de la extrusora (rpm y temperatura de fusión) se muestran en la tabla 14. Las extrusoras se operaron a una producción total de 34 #/h, y la velocidad de despegue fue de 7,3 m/min (24 pies/min), para lograr un espesor total de 50 µm (micras).

30 Estas películas de muestra eran una estructura en tres capas (20/60/20). Según el diseño del molde y una solicitud de revestimientos del 20%, la relación de capa utilizada para cada extrusora fue 20/18/25/18/20. Ancho de corte = 30,5 cm (12 pulgadas). Espesor total de la película = 50 µm (micras). Cada capa tenía 10 µm (micras) de espesor.

35

Tabla 14: Parámetros de extrusión

Extrusora A	Velocidad de tornillo	55 rpm
	Temperatura de fusión	212°C
Extrusora B	Velocidad de tornillo	118 rpm
	Temperatura de fusión	218°C
Extrusora C	Velocidad de tornillo	145 rpm
	Temperatura de fusión	213°C
Extrusora D	Velocidad de tornillo	126 rpm
	Temperatura de fusión	213°C
Extrusora E	Velocidad de tornillo	57 rpm
	Temperatura de fusión	220°C

Tabla 15: Otras películas (% en peso)

Número	Capa 1 (selladora)	Capa 2	Capa 3	Capa 4	Capa 5
1	80% AFFINITY PL1881G + 20% LDPE	80% DOWLEX 2056G + 20% LDPE	80% DOWLEX 2056G + 20% LDPE	80% DOWLEX 2056G + 20% LDPE	80% DOWLEX 2056G + 20% LDPE + 0,5% Ampacet 10063
2	INSPIRE 114	INSPIRE 114	INSPIRE 114	INSPIRE 114	INSPIRE 114
3	80% AFFINITY PL1881G + 20% LDPE	70% DOWLEX 2056G + 20% LDPE + 10% PRIMACOR 3440	70% DOWLEX 2056G + 20% LDPE + 10% PRIMACOR 3440	70% DOWLEX 2056G + 20% LDPE + 10% PRIMACOR 3440	80% DOWLEX 2056G + 20% LDPE + 0,5% AMPACET 10063
4	80% AFFINITY PL1881G + 20% LDPE	70% DOWLEX 2056G + 20% LDPE + 10% AC-575P	70% DOWLEX 2056G + 20% LDPE + 10% AC-575P	70% DOWLEX 2056G + 20% LDPE + 10% AC-575P	80% DOWLEX 2056G + 20% LDPE + 0,5% AMPACET 10063
5	INSPIRE 114	90% INSPIRE 114 + 10% BHX-10088	90% INSPIRE 114 + 10% BHX-10088	90% INSPIRE 114 + 10% BHX-10088	INSPIRE 114
6	INSPIRE 114	90% INSPIRE 114 + 10% de amina-t-PP	90% INSPIRE 114 + 10% de amina-t-PP	90% INSPIRE 114 + 10% de amina-t-PP	INSPIRE 114

5 Moles totales de grupos funcionales por metro cuadrado de película:

Película nº 3 = 0,00404 moles/m<sup>2</sup>,

Película nº 4 = 0,000882 moles/m<sup>2</sup>,

Película nº 5 = 0,00107 moles/m<sup>2</sup>,

Película nº 6 = 0,00107 moles/m<sup>2</sup>.

10 La preparación de la bolsa y la medición de los niveles de PAA se expusieron anteriormente. Los resultados se muestran en las tablas 16 y 17.

Tabla 16: Resultados 1

	ppb equivalentes de anilina/6 dm <sup>2</sup> /kg		
Número de días después de la laminación	Película nº 1 (Comparación)	Película nº 3 (Comparación)	Película nº 4 (de la invención)
1	28,90	15,51	14,99
2	15,19	3,48	3,28

Tabla 17: Resultados 2

	ppb equivalentes de anilina/6 dm <sup>2</sup> /kg		
Número de días después de la laminación	Película nº 2 (Comparación)	Película nº 5 (de la invención)	Película nº 6 (de la invención)
2	6,1	0,18	0,3
3	3,7	0,1	0,27
7	1	0,22	0,22

- 5 Como se ve en la Tabla 16, la película nº 4 funciona como la película nº 3, a pesar de contener 4,6 veces menos grupos funcionales por metro cuadrado de película, lo que demuestra la ventaja de la resina funcional de bajo peso molecular. Como se ve en la tabla 17, las películas nº 5 y nº 6 superan (menos "ppb equivalentes de anilina") la película nº 2.

**REIVINDICACIONES**

1. Un artículo que comprende una estructura en capas que comprende al menos dos capas:
- A) una primera capa A formada a partir de una composición A que comprende un poliuretano;
- 5 B) una segunda capa B formada a partir de una composición B que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los siguientes compuestos:
- a) un compuesto 1 que comprende al menos un grupo ácido,
- b) un compuesto 2 que comprende al menos un grupo anhídrido,
- c) un compuesto 3 que comprende al menos un grupo amino primario y/o al menos un grupo amino secundario, y
- 10 d) una de sus combinaciones; y
- en donde el compuesto tiene un peso molecular o peso molecular promedio en número, cada uno menor de 10.000 g/mol y en donde el artículo comprende además un material precedero.
2. El artículo de la reivindicación 1, en donde la composición B comprende del 1 al 30 por ciento en peso del compuesto, referido al peso de la composición B.
- 15 3. El artículo de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde la cantidad de compuesto, en la segunda capa B, es del 1 al 10 por ciento en peso, en base al peso de la segunda capa B.
4. El artículo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el compuesto comprende menos de, o igual a, 5,0 moles/kg del grupo funcional, referido al peso del compuesto.
- 20 5. El artículo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el compuesto comprende al menos un grupo seleccionado de -CO<sub>2</sub>H, -SO<sub>3</sub>H, -PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub>, hidroxilo aromático, o una de sus combinaciones.
6. El artículo según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en donde el compuesto comprende un grupo anhídrido.
7. El artículo según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en donde el compuesto comprende una amina primaria, un grupo de amina secundaria o una de sus combinaciones.
- 25 8. El artículo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición B comprende además un polímero B olefínico.
9. El artículo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición B comprende además un LDPE.
10. El artículo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la estructura comprende además una tercera capa C formada a partir de una composición C que comprende un polímero C olefínico funcionalizado, que comprende al menos una unidad monomérica polimerizada, o al menos un agente de funcionalización reaccionado, cada uno de
- 30 los cuales comprende un grupo funcional seleccionado del grupo que consiste en lo siguiente: un grupo ácido, un grupo anhídrido, un grupo amino primario, un grupo amino secundario, un grupo hidroxilo y una de sus combinaciones
11. El artículo de la reivindicación 1, en donde la segunda capa B es adyacente al material precedero.
12. El artículo de la reivindicación 1, en donde la segunda capa B es adyacente a otra capa, que es adyacente al material precedero.
- 35 13. El artículo de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la segunda capa B es adyacente a la primera capa A.

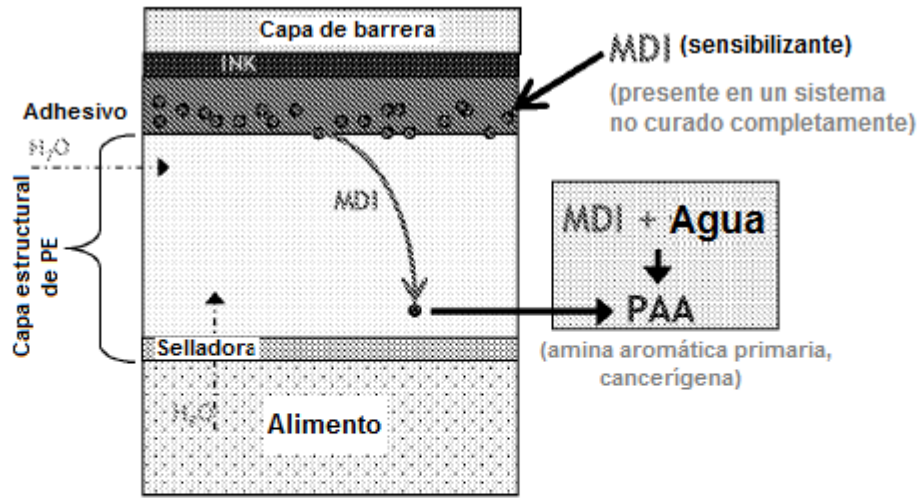


FIGURA 1

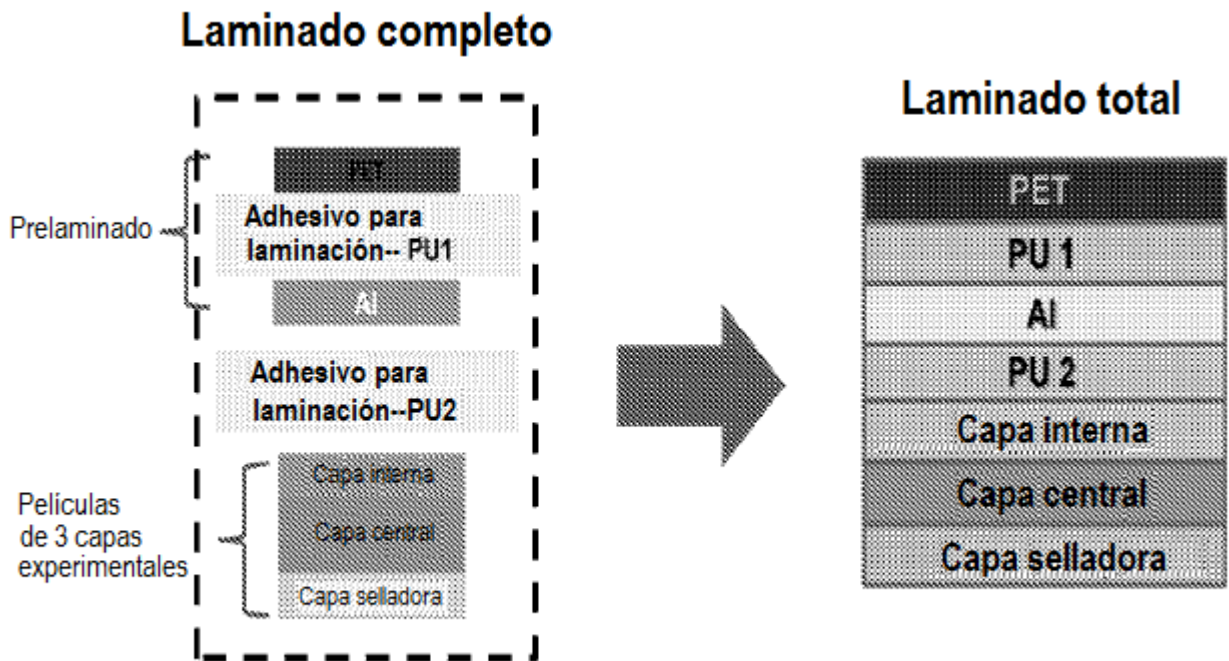


FIGURA 2

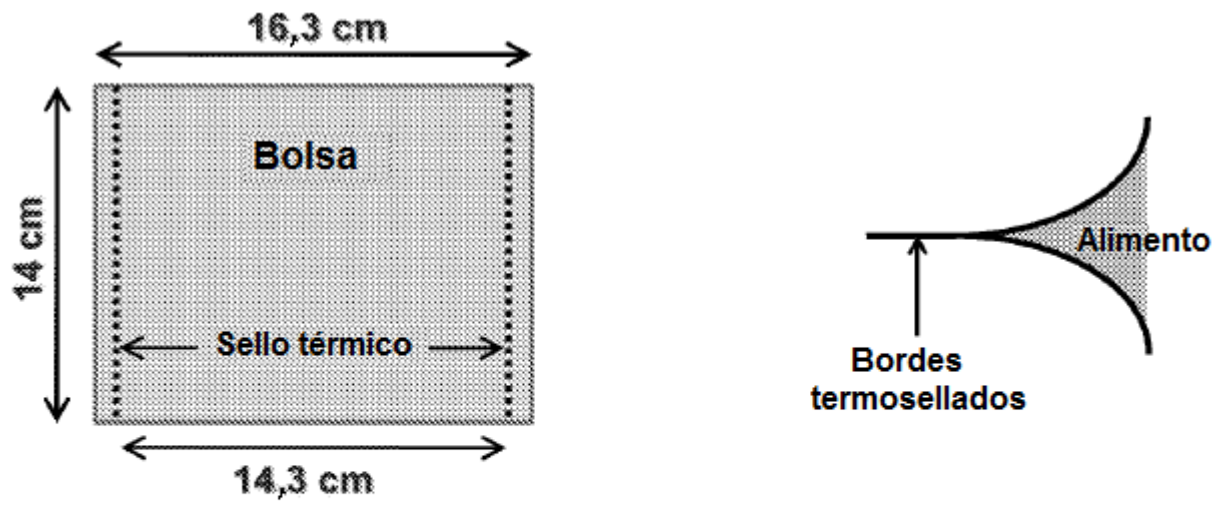


FIGURA 3

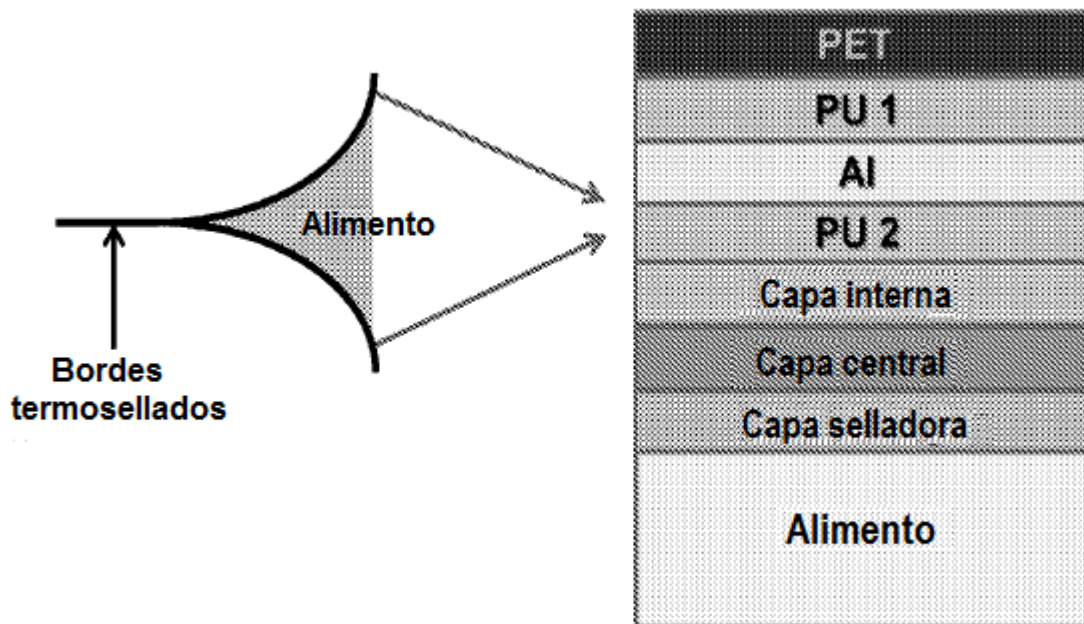


FIGURA 4