



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 356 410**

51 Int. Cl.:

**C09J 7/02** (2006.01)

**B32B 27/32** (2006.01)

**B32B 27/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04726456 .9**

96 Fecha de presentación : **08.04.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1615977**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **18.01.2006**

54 Título: **Película de polipropileno orientada biaxialmente con un adhesivo de sellado en frío.**

30 Prioridad: **11.04.2003 DE 103 16 621**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**07.04.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**07.04.2011**

73 Titular/es: **TREOFAN GERMANY GmbH & Co. KG.**  
**Bergstrasse**  
**66539 Neunkirchen, DE**

72 Inventor/es: **Speith-Herfurth, Angela y**  
**Hansohn, Robert**

74 Agente: **Urizar Anasagasti, José Antonio**

ES 2 356 410 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).

# ES 2 356 410 T3

## DESCRIPCIÓN

Película de polipropileno orientada biaxialmente con un adhesivo de sellado en frío.

5 La invención se refiere a una película de polipropileno, definida en la reivindicación 1, con un revestimiento adhesivo de sellado en frío, que presenta muy buenas características de sellado.

10 Las películas de polipropileno orientadas biaxialmente (boPP) se utilizan, en la actualidad, como películas de embalaje con las más diversas aplicaciones. Las películas de polipropileno destacan por muchas características ventajosas de uso como por ejemplo, alta transparencia, brillo, barrera contra el vapor de agua, buena impermeabilidad, rigidez, resistencia a la penetración, etc. Para la fabricación de un embalaje hecho de dichas películas se emplean procedimientos de sellado, que mediante la presión y temperaturas elevadas sellan las capas exteriores de las películas (sellado con calor). Para el embalaje de mercancía sensible a las temperaturas se emplean capas de sellado en frío, que se pegan sólo con presión a temperatura de ambiente. Adhesivos de sellado en frío de este tipo se basan en composiciones de látex naturales y sintéticas colocadas en una superficie de película exterior. El lado opuesto no se puede pegar ni bloquear con el adhesivo en frío al enrollar la película revestida de este modo y por ello se denomina el lado suelto. Para asegurar suficientes características de soldadura de este lado, a la película a menudo se le aplica o lamina una laca adecuada.

20 A la película también suelen agregarse aditivos, que impiden que se pegue la capa de sellado en frío con la superficie opuesta. Estas medidas tienen el inconveniente de que pueden perjudicar las características de sellado de la capa de sellado en frío.

25 Además es bien conocido que una estructura de superficie áspera del lado de sellado en frío es ventajosa para una buena fijación de la capa de sellado en frío a la superficie de la película. Por ello, para este tipo de aplicaciones a menudo se utilizan películas opacas con una capa que contiene vacuolas o una capa pigmentada, la que a través de vacuolas o pigmentos muestra una mayor aspereza de superficie que las películas transparentes. Sin embargo, para algunas aplicaciones debe conservarse la alta transparencia de las películas de polipropileno. Para estas aplicaciones es pues particularmente crítica una buena fijación de la capa de sellado en frío.

30 Dependiendo de la técnica se aconsejan diferentes películas que pueden verse ventajosas para un recubrimiento de sellado en frío. La patente número US 5.482.780 describe una película con buena adherencia a adhesivos de sellado en frío, que a su vez presenta buenas características de soldadura de su lado opuesto. La película contiene varias capas y a parte de la capa de base de polipropileno tiene dos capas de cobertura. La capa de cobertura suelta está compuesta de una mezcla que contiene un copolímero etileno-propileno que presenta un escaso contenido de etileno de entre 2 y 8%. El segundo componente de dicha mezcla es un copolímero de etileno-butileno con un contenido de etileno de entre 0,5 y 6%. A este lado se le añade un medio deslizante no migrante. La capa de cobertura opuesta, revestida del adhesivo de sellado en frío, se compone de un copolímero etileno-propileno, que contribuye a la mejora de la adherencia del sellado en frío tratado con efecto corona. Sin embargo, la a del adhesivo de sellado en frío como también sus características todavía quedan pendientes de mejora.

45 La patente número US 6.022.612 describe asimismo una película de polipropileno multicapa orientada biaxialmente con una capa de cobertura para revestimientos adhesivos de sellado en frío. Esta capa de cobertura está compuesta de una mezcla de poliolefina y un copolímero de bloque. Los copolímeros de bloque son por ejemplo copolímeros de bloque de estírol-isopreno-estírol o de estírol-butadieno-estírol. Esta capa de cobertura muestra una óptica mate, pero una buena adherencia del adhesivo de sellado en frío. Debido a la mezcla de la capa de cobertura, las películas presentan un enturbiamiento elevado, que no es aceptable para todas sus aplicaciones.

50 La patente número US 5.981.047 describe asimismo una película mate para aplicaciones de adhesivo de sellado en frío. La película presenta una capa de cobertura suelta construida de una mezcla. Uno de los componentes principales de dicha mezcla es un copolímero etileno-butileno.

55 La patente número US 6.074.731 describe una película multicapa con una capa de cobertura para recubrimientos de sellado en frío, consistente de una mezcla de dos componentes. Uno de los componentes de la mezcla es el HDPE. El segundo componente es un polisobutileno. Estas capas de cobertura deben mostrar una buena adherencia a través del adhesivo de sellado en frío.

60 WO00/61679 describe una mezcla de metaloceno PP y resina e instruye en qué casos es conveniente añadirle resina al metaloceno PP. Detalla diversas películas que pueden fabricarse a partir de esta mezcla. Describe que se pueden fabricar películas de una sola capa compuestas tan solo de la mezcla basada en la invención. A estas películas de una sola capa se puede aplicar una o bien varias capas funcionales.

65 EP-A-1 164 007 describe laminados de una capa de base extendida simultáneamente y una segunda capa de cobertura aplicada según la extensión sobre ésta. La capa de base puede contener un suplemento de resina de hidrocarburo. También describe que la capa de base puede contener materias como por ejemplo  $\text{CaCO}_3$  o  $\text{TiO}_2$  que llevan a una película opaca no transparente.

## ES 2 356 410 T3

El cometido de la presente invención consiste en poner a disposición una película de polipropileno orientada biaxialmente, adecuada para usos de adhesivo de sellado en frío. La película debe mostrar una superficie que puede proveerse con un sellado en frío y muestra una buena adherencia al sellado en frío. Además, el sellado en frío debe presentar buena resistencia del sellado contra sí mismo.

5

Otras características de la película, consideradas para su uso de película de embalaje, no deben ser influidas negativamente. La película debe tener alto brillo, sin defectos ópticos en forma de estrías o burbujas, mostrar un recorrido rápido sin alteraciones en máquinas de embalaje y un bajo enturbiamiento de película.

10

Esta tarea se resuelve a través de una película de polipropileno orientada biaxialmente, secuencialmente multicapa, transparente, coextruída, con un revestimiento adhesivo de sellado en frío compuesta de una capa de base y por lo menos de una primera capa de cobertura de 95 a 100% en peso, con referencia al peso de la capa de cobertura de un polímero de propileno y opcionalmente agentes antiestáticos, neutralizantes, estabilizantes y/o separadores, caracterizada porque la capa de base contiene resina de hidrocarburo y la capa de cobertura tiene un revestimiento adhesivo de sellado en frío en su superficie exterior.

15

La capa de base de la película, refiriéndose a cada capa de base, contiene en general entre 80 y <100% en peso, en particular entre 85-95% en peso de polímero de propileno.

20

En general contiene el polímero de propileno por lo menos 90% en peso, preferentemente 94-100% en peso, en particular 98-100% en peso de propileno. La cantidad correspondiente de comonomero de un máximo de 10%, respectivamente 0-6% en peso, respectivamente 0-2% en peso, consiste, si es presente, por lo general de etileno. Los datos de % en peso se refieren respectivamente a polímeros de propileno.

25

Se les da preferencia a los homopolímeros de propileno isotácticos con un punto de fusión de 140 a 170°C, preferiblemente de 155 a 165°C y un índice de flujo de fusión (medición DIN 53 735 a una carga de 21.6N y una temperatura de 230°C) de 1,0 a 10 g/10 min, preferiblemente de 1,5 a 6,5 g/10 min. La parte n-heptansoluble del polímero asciende en general a 1-10% en peso, preferiblemente a 2-5% en peso referente al polímero de salida. La división del peso molecular de los polímeros de propileno puede variar en gran medida. El comportamiento del medio de peso  $M_w$  al medio de número  $M_n$  se encuentra por lo general entre 1 y 15.

30

Es esencial para la invención que la capa de base contenga resina de hidrocarburo (en inglés conocida como "hard resin"), preferiblemente en una cantidad de 5 a 20% en peso, en particular de 8 a 15% en peso, referente al peso del contenido de la capa de base.

35

Como resinas de hidrocarburo se pueden considerar básicamente las resinas sintéticas o las resinas de origen natural, que por lo general, son resinas hidrogenadas parcial o completamente. El punto de ablandamiento de la resina asciende en general a más de 80°C (medido según DIN 1995-U4 o ASTM E-28), caracterizado porque es preferible la resina de este tipo con un punto de ablandamiento de entre 100 y 180°C, en particular 110 a 160°C. Por lo general tienen las resinas de hidrocarburo un peso medio molecular de  $M_n$  entre 500 y 2500 ( $M_w$  500 a 3000) y por ello difieren de los polímeros de cadenas largas de alto contenido de moléculas, cuyo medio peso  $M_w$  se encuentra, por lo general entre 10.000 a unos 100.000. Además hay que resaltar que las resinas son sustancias amorfas que, a temperatura de ambiente, se convierten en vitreas y frágiles, por lo que también se las denomina resinas duras. Debido a estas características difieren las resinas de los polímeros, sobre todo de los polímeros de polipropileno, polietileno y otras sustancias similares con alto contenido en moléculas. Para cumplir con el objetivo de la presente invención, son preferibles las resinas con un  $M_w$  de 600 a 1200 y un punto de ablandamiento de 100 a 140°C.

45

Las resinas de hidrocarburo comprenden en sentido de la presente invención por ejemplo resinas de petróleo, estírol, ciclopentadieno y terpeno (estas resinas se describen en la Enciclopedia de la química técnica de Ullmann, tomo 4, volumen 12, páginas 525 a 555).

50

Las resinas de petróleo son resinas de hidrocarburos que se obtienen por polimerización de materiales petrolíferos de descomposición profunda (deep-decomposed) en presencia de un catalizador. Los materiales de petróleo contienen habitualmente una mezcla de sustancias compuestas de resina como estírol, metilestírol, vinyltoluol, indan, metilindan, butadieno, isopreno, piperileno y pentileno. Las resinas de estírol son homopolímeros de estírol o copolímeros de estírol con otros monómeros como por ejemplo metilestírol, vinyltoluol y butadieno. Las resinas de ciclopentano son homopolímeros de ciclopentano o copolímeros de ciclopentano, que se obtienen de destilados de alquitrán de carbón y gases de petróleo descompuestos. Estas resinas se fabrican, en las que los materiales que contienen ciclopentano, se mantienen durante un largo periodo de tiempo en temperaturas elevadas. Dependiendo de la temperatura de reacción se pueden obtener dímeros, trímeros u oligómeros.

60

Las resinas de terpeno son polimerizados de terpenos; es decir, hidrocarburos de fórmula  $C_{10}H_{16}$  que suelen contener aceites etéricos o resinas oleosas vegetales y resinas terpénicas fenol-modificadas. Como ejemplos especiales de los terpenos pueden citarse pineno, alfa-pineno, dipenteno, limoneno, mirceno, camfeno y terpenos parecidos. En cuanto a las resinas de hidrocarburos, puede tratarse también de las denominadas resinas de hidrocarburos modificadas. La modificación se efectúa generalmente por reacción de las materias primas antes de la polimerización mediante la introducción de monómeros especiales o por reacción del producto polimerizado, para lo cual deben llevarse a cabo hidrogenaciones especiales o parciales.

65

## ES 2 356 410 T3

Como resinas de hidrocarburos se emplean, además, homopolimerizados de estirolo, copolimerizados de estirolo, homopolimerizados de ciclopentadieno, copolimerizados de ciclopentadieno y/o polimerizados de terpeno con un punto de ablandamiento superior a 135°C (con polimerizados no saturados es preferible producto hidrogenado). Sobre todo, son preferibles los polimerizados de ciclopentadieno con un punto de ablandamiento de por lo menos 140°C o copolimerizados de alfa-metilestirolo y viniltoluol con un punto de ablandamiento de 120 a 150°C en la capa de base.

Además de los componentes de resina esenciales para la invención, la capa de base puede contener otros aditivos habituales, como por ejemplo los neutralizadores y estabilizadores, como también antiestáticos y/o deslizantes en cantidades eficaces, manteniendo la capa de base sin vacuolenizantes o pigmentos para que se quede transparente.

Los antiestáticos preferidos son, esencialmente, aminas terciarias de cadena recta y alifáticas saturadas con un resto alifático con 10 a 20 átomos de carbono, que son sustituidos por  $\omega$ -hidroxio( $C_1$ - $C_4$ ) grupos de alquilo, en donde son especialmente apropiados N,N-bis-(2-hidroxiethyl)-alquilaminas con 10 a 20 átomos de carbono, preferentemente con 12 a 18 átomos de carbono en el resto de alquilo. Las cantidades eficaces de antiestáticos se encuentran entre 0,05% y 0,5% en peso. Además se puede aplicar como antiestático, monoestearato de glicerina en una cantidad de 0,03% a 0,5%.

Los deslizantes son amidas ácidas alifáticas superiores, ésteres alifáticos superiores, ceras y jabones metálicos. La cantidad eficaz de los deslizantes se encuentra entre 0,01 y 0,03% en peso, preferiblemente de 0,02 a 1% en peso. Es especialmente adecuado es el aditamento de amidas ácidas alifáticas superiores de entre 0,01 a 0,25% en peso a la capa de base. Se da preferencia a la amida ácida de eruca.

Como estabilizadores pueden emplearse los compuestos habituales de efecto estabilizante para polímeros de etileno, propileno y otras  $\alpha$ -olefinas, cuyas cantidades agregadas oscilan entre 0,05 y 2% en peso. Los estabilizadores idóneos son los fenólicos, fosfíticos, estearatos alcalino-terreoalcalinos y/o carbonatos alcalinoalcalinotérreos. Los estabilizadores fenólicos son preferidos en cantidades de 0,1 a 0,6% en peso, especialmente de 0,15 a 0,3% en peso y con una masa molar superior a 500 g/mol. El pentaeritritil-tetrakis-3-(3,5-di-terciarbutil-hidroxi-fenil)propionato, como también el 1,3,5-trimetritil-2,4,6-tris(3,5-di-terciarbutil-4-hidroxibenzil)benzol son especialmente ventajosos.

Los neutralizantes son preferentemente dihidrotalcita, estearato cálcico y/o carbonato cálcico de un tamaño medio máximo de las partículas de 0,7  $\mu$ m, un tamaño absoluto de las partículas inferior a 10  $\mu$ m y de una superficie específica de por lo menos 40 m<sup>2</sup>/g.

Todos los datos que figuran a continuación en % en peso se refieren al peso de la capa de base.

La película de polipropileno según la invención contiene por lo menos una capa de cobertura de polímeros de propileno. Se prefieren polímeros de propileno o polimerizados mezclados con propileno, compuestos en su mayor parte de propileno. La capa de cobertura contiene 95- <100% en peso de polímeros de propileno, refiriéndose al peso de la capa de cobertura.

Los homopolímeros de propileno isotácticos tienen en general un punto de fusión de 140 a 170°C, preferiblemente de 155 a 165°C y un índice de flujo de fusión (medición DIN 53 735 a una carga de 21,6N y 230°C) de 1,0 a 10 g/10 min, preferiblemente de 1,5 a 6,5 g/10 min, en el que la parte n-heptansoluble de los homopolímeros de propileno sube en general entre 1 y 10% en peso, preferiblemente de 2 a 5% en peso refiriéndose a los polímeros de salida.

Los polimerizados de propileno contienen sobre todo unidades de propileno, preferiblemente una cantidad de por lo menos 80% en peso refiriéndose a los co- o terpolímeros de propileno. A butileno o etileno se les prefiere como comonomeros, cuya parte corresponde a hasta un 20% en peso. Ejemplos de co- o terpolímeros de propileno son copolímeros estadísticos de etileno-propileno con un contenido de etileno de 1 a 10% en peso, preferiblemente de 2,5 a 8% en peso, o copolímeros estadísticos 1 de propileno-butileno con el contenido de butileno entre 2 y 25% en peso, preferiblemente entre 4 y 20% en peso refiriéndose al peso completo de los terpolímeros o de una mezcla de los conocidos propileno o propilenterpolímeros; caracterizada por ser preferible la mezcla de un terpolímero de etileno-propileno-butileno 1 y un copolímero de propileno-butileno 1 con un contenido de etileno de entre 0,1 a 7% en peso y un contenido de propileno de entre 50 y 90% en peso y un contenido de butileno 1 de 10 al 40% en peso, refiriéndose al peso completo de la mezcla de polímeros.

Los co- y/o terpolímeros anteriormente descritos que alberga la capa de cobertura indican en general un índice de corriente de fusión de 1,5 a 30 g/10 min, preferentemente de 3 a 15 g/10 min. El punto de fusión se encuentra entre 120 a 140°C. La mezcla de co- y terpolímeros, anteriormente descrita, tiene un índice de flujo de fusión de 5 a 9 g/10 min y un punto de fusión de 120 y 150°C. Todos los índices de flujo de fusión mencionados más arriba se miden a una temperatura de 230°C y una carga de 21,6N (DIN 53 735).

En caso necesario, a la capa de cobertura se pueden añadir los aditivos, anteriormente citados para la capa de base, de los que, los más preferibles son los antiestáticos, los neutralizadores, y/o los estabilizadores, como también los antibloqueantes. Los datos en % en peso se refieren pues al peso de la capa de cobertura.

Los antibloqueantes adecuados son los aditivos inorgánicos tales como dióxido de silicio, carbonato cálcico, silicato magnésico, silicato de aluminio, fosfato cálcico y similares; y/o polimerizados orgánicos intolerables como

## ES 2 356 410 T3

poliamida, poliéster, policarbonato y similares, preferentemente, polímeros de benzoguanaminformaldehído, dióxido de silicio y carbonato cálcico. Las cantidades eficaces de antibloqueante, oscilan entre 0,1 y 2% en peso, preferentemente 0,1 a 0,8% en peso, siempre referido al peso de la capa de cobertura. El tamaño medio de las partículas varía entre 1 y 6  $\mu\text{m}$ , especialmente 2 y 5  $\mu\text{m}$ , estando especialmente indicadas las partículas esféricas tales como las que se describen en las patentes EP-A-0 236 945 y DE-A-38 01 535.

Se ha descubierto que la película modificada por resina es especialmente ventajosa para el recubrimiento con adhesivo de sellado en frío. A través de la modificación de la capa de base con una resina de hidrocarburo se mejora considerablemente la adherencia del adhesivo de sellado en frío en la superficie de la capa de cobertura. La firmeza del adhesivo de sellado en frío también asciende considerablemente, gracias a las películas que carecen aditivos de resina de hidrocarburo. A pesar de que las resinas se emplean para la modificación de las características de las películas, fue sorprendente que las películas de este tipo, modificadas por resina, presentaban una mejor adherencia y mejores características de sellado del adhesivo de sellado en frío.

La película basada en la invención comprende por lo menos la capa de base anteriormente descrita y una primera capa de cobertura, cuyo uso según la invención, se prevé para aplicaciones del adhesivo de sellado en frío. En general, la superficie opuesta de la película tiene que presentar un efecto de soltura a diferencia del adhesivo de sellado en frío, para que, por ejemplo al enrollar la película, el adhesivo del sellado en frío no se pegue con esta segunda superficie opuesta. Dicha soltura se lleva a cabo por ejemplo a través de una segunda capa de cobertura opuesta, la que, mediante una preparación oportuna, asegura la soltura a diferencia del adhesivo de sellado en frío, por ejemplo, a través de un aditivo de cera. También es posible equipar la superficie opuesta de la segunda capa de cobertura o la superficie de la capa de base con una laca de soltura o laminar dicha superficie contra otra película de soltura. Las capas o las técnicas adecuadas se conocen en estado de la técnica.

En una forma de realización preferente de la invención, se aplica una segunda capa de cobertura a la superficie de la capa de base, para que de este modo, la estructura, el grosor y la composición de una segunda capa de cobertura pueda considerarse independiente de la ya existente primera capa de cobertura. La segunda capa de cobertura se puede componer básicamente del mismo polímero de propileno que se aplicó para la primera capa de cobertura, como también pueden elegirse otros polímeros de poliolefina y mezclas de polímeros.

El grosor de la/s primera/s capa/s de cobertura es en general superior a 0,1  $\mu\text{m}$  y se encuentra preferentemente entre 0,3 y 3  $\mu\text{m}$ , en particular entre 0,4 y 1,5  $\mu\text{m}$ . El grosor de la segunda capa de cobertura se encuentra en orden de grosor muy parecido, preferentemente entre 0,5 y 2  $\mu\text{m}$ . El grosor total de la película de polipropileno, según la invención, puede variar de modo más amplio, ya que se rige por la carga deseada. Asciende a un valor de entre 4 y 60  $\mu\text{m}$ , en particular de 5 a 30  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 6 a 25  $\mu\text{m}$ , caracterizada porque la capa de base corresponde a la diferencia entre el grosor total de la película y el grosor de las capas de cobertura.

Según la invención, la película en la superficie de la primera capa de cobertura se equipa con un adhesivo de sellado en frío. Las capas de adhesivo de sellado en frío difieren en un principio de las capas de adhesivo de sellado en calor, porque el sellado a temperatura de ambiente sólo se logra al emplear presión. Debido a ello, el envase no sufre impactos de temperatura. Los adhesivos de sellado en frío no requieren activación a través de agua, disolventes o calor. Los adhesivos de sellado en frío se conocen en estado de la técnica y se basan por ejemplo en látex, caucho, poluretanos o acrilpolímeros sintéticos o artificiales. Dichas sustancias se generan a partir de soluciones aptas, eventualmente acuosas en la superficie de la película. Los demás procedimientos de fabricación del adhesivo de sellado en frío también son adecuados, como por ejemplo mediante una bajada de presión. Múltiples memorias de patente describen el adhesivo de sellado en frío y los aditivos mejorados como también los procedimientos correspondientes; por ejemplo US 3.740.366, US 3.299.010, US 4.012.560, US 4.387.172, US 4.889.884, US 4.902.370, US 4.810.745 o US 4.851.459. Según el motivo de empleo previsto, el adhesivo de sellado en frío se puede fabricar en partes o en toda su superficie. Para mejorar la adherencia del adhesivo de sellado en frío, en caso necesario, la superficie de la capa de cobertura a cubrir, antes de ser cubierta, se puede tratar con corona, llama o plasma.

La invención además se refiere a un procedimiento de fabricación de la película de polipropileno inventada según el conocido procedimiento de coextrusión.

El procedimiento de película plano se lleva a cabo al coextruir los materiales fundidos que corresponden a las capas individuales de la película a través de un dado de película plana, captando la película resultante en uno o más rodillos para solidificación, estirando subsecuentemente (orientando) la película, termificando la película estirada y, si se desea, tratar por corona o calor la capa superficial pretendida para el tratamiento.

El estiramiento biaxial (orientación) se lleva a cabo secuencialmente, en primer lugar longitudinalmente (en dirección de la máquina) y posteriormente transversalmente (perpendicular a la dirección de la máquina).

En primer lugar, el polímero o la mezcla de polímeros de las capas individuales se comprime y licua en un extrusor, siendo posible para los pigmentos de láser y cualesquiera otros aditivos opcionalmente añadidos estar presentes en el polímero o mezcla de polímeros. Los materiales fundidos entonces se fuerzan simultáneamente a través de un dado de película plana (dado ranurado), y la película de capas múltiples extruídas se captan en uno o más rodillos, mientras se enfría y solidifica.

## ES 2 356 410 T3

La película obtenida de esta manera entonces se estira longitudinalmente y transversalmente a la dirección de extrusión, que da como resultado la alineación de las cadenas de molécula. El estiramiento longitudinal se lleva a cabo de manera útil con la ayuda de dos rodillos que corren a diferentes velocidades que corresponden a la relación de estiramiento objetivo, y el estiramiento transversal se lleva a cabo de manera útil con la ayuda de una estructura de rama tensora apropiada. Las relaciones de estiramiento longitudinales se encuentran en la escala de 4 a 8, preferiblemente de 5 a 6. Las relaciones de estiramiento transversales se encuentran en la escala de 5 a 10, preferiblemente de 7 a 9.

El estiramiento de la película es seguido por el termofijado (tratamiento térmico) del mismo, en el que la película se mantiene a una temperatura de 100 a 160°C durante alrededor de 0.1 a 10 segundos. La película se enrolla subsecuentemente en una manera convencional por medio de un dispositivo de enrollamiento.

Resulta especialmente ventajoso mantener el rodillo de salida o los rodillos a una temperatura de 10 a 100°C, preferiblemente de 20 a 50°C, utilizando la película extraída enfriada y reforzada y un ciclo de calor y frío.

Las temperaturas, en las que se llevan a cabo los estiramientos longitudinales y transversales, pueden variar con relativamente mucha margen y se rigen por las características deseadas de la película. Por lo general, el estiramiento longitudinal se lleva al cabo preferentemente a una temperatura de entre 80 y 150°C, mientras que el estiramiento transversal a una temperatura de entre 120 y 170°C.

Después del estiramiento biaxial, una o ambas superficies de la película se encuentran opcionalmente tratadas por llama o corona mediante uno de los métodos conocidos. La intensidad del tratamiento generalmente se encuentra en la escala de 37 a 50 mN/m, preferiblemente de 39 a 45 mN/m.

En el tratamiento por corona, un procedimiento útil es pasar la película entre dos elementos conductores que sirven como electrodos, con un voltaje superior, generalmente una tensión alterna (de alrededor de 5 a 20 kV y de 5 a 30 kHz), que se aplica entre los electrodos que se asperjan o pueden ocurrir descargas por corona. Debido a la aspersión o descarga por corona, el aire por arriba de la superficie de la película se ioniza y reacciona con las moléculas de la superficie de la película, provocando la formación de inclusiones polares en la matriz de polímero esencialmente no polar.

Para un tratamiento por llama con llama polarizada (cf. US-A-4.622.237) se aplica un voltaje continuo eléctrico entre el quemador (el polo negativo) y un rodillo refrigerador. La cantidad de voltaje aplicado se encuentra entre 400 y 3000 V, preferentemente entre 500 y 2000 V. A través del voltaje aplicado, los átomos ionizados obtienen una mayor aceleración y alcanzan una mayor energía cinética en la superficie del polímero. Las conexiones químicas dentro de las moléculas del polímero se romperán con más facilidad, y debido a ello también se acelera la formación de radicales. La carga térmica de los polímeros es en este caso mucho más pequeña que en el tratamiento estándar por llama, y pueden obtenerse películas que tienen mejores características de sellado del lado tratado que las del lado no tratado.

Para la caracterización de las materias primas y películas se utilizaron los siguientes métodos de medición:

### *Índice de flujo de fusión*

El índice de flujo de fusión se midió de conformidad con DIN 53 735 a una carga de 21,6 N y 230°C.

### *Punto de fusión*

La medición DSC, máximo de la curva de fusión, velocidad de calentamiento a 20°C/min.

### *Enturbiamiento*

El enturbiamiento de la película se midió de conformidad con ASTM-D 1003-52.

### *Brillo*

El brillo se determinó de conformidad con DIN 67 530. Como el parámetro óptico para la superficie de una película, se consideró el valor del reflector. De acuerdo con las normas ASTM-D 523-78 e ISO 2813, el ángulo de insolación se fijó entre 60° y 85°. El rayo de luz que choca bajo el ángulo de insolación fijado contra la superficie llana de prueba y se reflejará, o bien dispersará a partir de la misma. Los rayos de luz que aparecen en el aparato foto-electrónico se muestran en forma de volumen proporcional eléctrico. El valor de medición carece de dimensión y tiene que señalarse con el ángulo de insolación.

## ES 2 356 410 T3

### *Tensión superficial*

La tensión superficial se determinó mediante el llamado método con tinta (DIN 53 364).

5

### *Frotamiento*

El frotamiento se midió de conformidad con DIN 53375.

10

### *Viscosidad*

La viscosidad se determinó de conformidad con DIN 53018, respectivamente con DIN 53019.

15

### *La resistencia del sellado en frío*

A fin de determinar la resistencia del sellado en frío, se pegan una a otra dos superficies revestidas de capas de sellado en frío. De este modo se colocan dos películas de 15 mm de ancho una encima de la otra y se inyectan a una temperatura de ambiente y un tiempo de sellado de 0,5 s y una presión de sellado de 30 N/cm<sup>2</sup> en un aparato de sellado Brugger HSG. Finalmente, las dos tiras se separan de conformidad con el método de desprendimiento T. De este modo se mide el diagrama de fuerza perdida al desprender. Como resistencia a la rotura se indica la fuerza máxima de la rotura de la prueba de sellado.

25

### *La fijación del sellado en frío*

La fijación del sellado en frío en la superficie de la película se analiza a través de la prueba de sellado. Por ello se estampa una banda de sellado (por ejemplo de la marca Scotch) a la capa de sellado en frío. A continuación, se quita la banda de sellado de la película revestida del sellado en frío en una máquina de prueba de estiramiento y a su vez, al quitarlo se mide el diagrama de fuerza perdida. Al aplicar la capa de sellado en frío a la banda de sellado, corresponde la fuerza necesaria para quitar la banda de sellado en frío a la fijación del sellado en frío.

35

A continuación, se detalla la invención por medio de ejemplos:

#### Ejemplo 1

40

Mediante la coextrusión y la subsiguiente orientación escalonada en sentidos longitudinal y transversal, se creyó una película transparente de tres capas con capas de cobertura de ambos lados y un espesor total de 20  $\mu\text{m}$ . Las capas de cobertura tenían un grosor de 0,6  $\mu\text{m}$ .

La capa de base:

45

**87,79% en peso** de homopolímero de propileno isotáctico con un punto de fusión de 163°C y un índice de flujo de fusión de 3,4g/10min.

50

**12,0% en peso** de resina de hidrocarburo con un punto de ablandamiento de 120°C y un peso molecular medio Mw de 1000

**0,15% en peso** de N,N-bis-etoxialquilamina (antiestático)

55

**0,06% en peso** de amida ácida de eruca

La capa de cobertura 1:

60

**Ca. 99,67% en peso** de terpolímero estadístico de etileno-propileno-butileno con un contenido en etileno del 3% en peso y un contenido en butileno del 7% en peso (propileno residual)

65

**0,33% en peso** de SiO<sub>2</sub> como antibloqueante con un tamaño medio de las partículas de 2  $\mu\text{m}$

## ES 2 356 410 T3

La capa de cobertura 2:

ca. 99,37% en peso de copolímero estadístico de etileno-propileno con un contenido en etileno del ca. 4,5% en peso y un punto de ablandamiento de ca. 130°C

0,33% en peso de SiO<sub>2</sub> como antibloqueante con un tamaño medio de las partículas de 2 µm

0,33% en peso de cera de polietileno con un peso molecular medio Mn de 1000

Las condiciones de fabricación de las distintas fases del procedimiento fueron:

<b>Extrusión</b>	<b>Temperaturas</b>	<b>Capa de base:</b>	<b>260°C</b>
		<b>Capas de cobertura:</b>	<b>240°C</b>
		<b>Temperatura del rodillo de salida:</b>	<b>20°C</b>
<b>Estirado longitudinal.:</b>	<b>Temperatura:</b>		<b>110°C</b>
	<b>Relación del estirado longitudinal:</b>		<b>5,5</b>
<b>Estirado transversal:</b>	<b>Temperatura:</b>		<b>160°C</b>
	<b>Relación del estirado transversal:</b>		<b>9</b>
<b>Fijación:</b>	<b>Temperatura:</b>		<b>140°C</b>
	<b>Convergencia:</b>		<b>20%</b>

Con la relación del estirado transversal  $I_Q=9$  se trata de un valor efectivo, el cual se calcula a partir del ancho de la película final B, reducida en dos veces el ancho de la banda marginal b, dividida por el ancho de la lámina C de estirado longitudinal y reducida también en dos veces el ancho de la banda marginal b.

### Ejemplo 2

Se produjo una película como se describió en el ejemplo 1. En contraste con el ejemplo 1, el contenido de la resina de la capa de base se reduce ahora de 12 a 8% en peso. El resto de la composición y las condiciones de fabricación no varían con respecto al ejemplo 1.

### Ejemplo comparativo 1

Se produjo una película como se describió en el ejemplo 1. En contraste con el ejemplo 1, la capa de base de la película ahora no contiene resina de hidrocarburo. El resto de la composición y las condiciones de fabricación no varían con respecto al ejemplo 1.

Las películas producidas como se describe en los ejemplos y el ejemplo comparativo se revistieron mediante el método de presión baja en la superficie de la capa de cobertura 1 con un adhesivo de sellado en frío C2881 o Bostik Findley. Las características de las películas producidas como se describe en los ejemplos y el ejemplo comparativo se resumen en la siguiente tabla:



# ES 2 356 410 T3

TABLA

Ejemplos	Contenido de resina en la capa de base, en % en peso	La fijación del adhesivo de sellado en frío N/15mm	La resistencia del sellado N/15mm
E1	12	4,5	4,3
E2	8	4,3	4,3
EC1	0	3,5	3,0

E- ejemplo

EC- ejemplo comparativo

## Referencias citadas en la descripción

*Este listado de referencias citadas por el solicitante tiene como único fin la conveniencia del lector. No forma parte del documento de la Patente Europea. Aunque se ha puesto gran cuidado en la compilación de las referencias, no pueden excluirse errores u omisiones y la OEP rechaza cualquier responsabilidad en este sentido.*

## Documentos de patentes citados en la descripción

- US 5482780 A
- US 6022612 A
- US 5981047 A
- US 6074731 A
- WO 0061679 A
- EP 1164007 A
- EP 0236945 A
- DE 3801535 A
- US 3740366 A
- US 3299010 A
- US 4012560 A
- US 4387172 A
- US 4889884 A
- US 4902370 A
- US 4810745 A
- US 4851459 A
- US 4622237 A

## Literatura no relacionada con patentes citada en la descripción

- Ullmanns *Encyklopädie der techn. Chemie*, vol. 12, 525-555

# ES 2 356 410 T3

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Una película de polipropileno orientada biaxialmente secuencialmente multicapa, transparente, coextruída, con un revestimiento adhesivo de sellado en frío de una capa base y al menos una primera capa de cobertura con 95 a <100% en peso, en base al peso de la capa de cobertura, de un polímero de propileno y opcionalmente agentes antiestáticos, agentes neutralizantes, agentes estabilizantes y/o separadores, **caracterizado** porque dicha capa base comprende una resina hidrocarbonada y dicha capa de cobertura tiene un revestimiento adhesivo de sellado en frío en su superficie exterior.
- 10 2. La película de polipropileno según la reivindicación 1, **caracterizada** porque la capa base contiene un polipropileno isotáctico que tiene un punto de fusión de 155°C a 165°C.
- 15 3. La película de polipropileno según la reivindicación 1 y/o la reivindicación 2, **caracterizada** porque dicha capa base comprende la resina hidrocarbonada en una cantidad de 5 a 20% en peso, en base al peso de la capa base.
- 20 4. La película de polipropileno según una o más de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada** porque dicha resina hidrocarbonada comprende un polímero de estireno no hidrogenado, un copolímero de metilestireno-estireno, un copolímero de pentadieno o ciclopentadieno, un polímero de alfa- o  $\beta$ -pineno, colofonia o derivados de colofonia, o polímeros de terpeno y compuestos hidrogenados del mismo, o un copolímero hidrogenado alfa-metilestireno-viniltolueno, o mezclas de los mismos.
- 25 5. La película de polipropileno según una o más de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizada** porque dicha resina hidrocarbonada tiene un punto de reblandecimiento de 100 a 160°C.
- 30 6. La película de polipropileno una o más de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizada** porque dicha primera capa de cobertura está compuesta de homopolímero de propileno isotáctico, copolímeros de propileno o terpolímeros de propileno o de mezclas de estos polímeros, teniendo los copolímeros de propileno o terpolímeros de propileno un contenido de propileno de al menos 80% en peso del polímero.
- 35 7. La película de polipropileno según una o más de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizada** porque la superficie de la primera capa de cobertura está pretratada mediante corona, plasma o llama.
- 40 8. La película de polipropileno una o más de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizada** porque sobre la superficie opuesta de la capa base, se aplica una segunda capa de cobertura de polímeros poliolefinicos.
- 45 9. La película de polipropileno según una o más de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizada** porque sobre la superficie opuesta de la primera capa de cobertura, se aplica una capa de liberación como capa exterior, la superficie de la cual presenta baja adherencia a revestimientos de sellado en frío.
- 50 10. La película de polipropileno según una o más de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizada** porque dicha capa de liberación es un barniz de liberación, una película de liberación o una segunda capa de cobertura coextruída.
- 55 11. La película de polipropileno según una o más de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizada** porque dicha capa base comprende un agente antiestático.
- 60 12. La película de polipropileno según una o más de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizada** porque todas las capas de la película comprenden agente neutralizante y estabilizador.
- 65 13. La película de polipropileno según una o más de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizada** porque dicha primera capa de cobertura comprende agente separador.
14. El método para producir una película de polipropileno según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizada** porque el revestimiento de la película orientada biaxialmente con el adhesivo de sellado en frío tiene lugar por medio de recubrimiento por grabado.