

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 370 571**

51 Int. Cl.:
C08G 63/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08866661 .5**
96 Fecha de presentación: **17.12.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2225306**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **08.09.2010**

54 Título: **PELÍCULA DE POLIÉSTER CON ORIENTACIÓN BIAxIAL, Y PROCEDIMIENTO PARA SU FABRICACIÓN.**

30 Prioridad:
27.12.2007 IN DE27402007

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
20.12.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
20.12.2011

73 Titular/es:
**POLYPLEX CORPORATION LIMITED
B 37 SECTOR 1 GAUTAM BUDH NAGAR
NOIDA, UTTAR PRADESH 201 301, IN**

72 Inventor/es:
**MOHANTY, Bidhan, Krushna y
REDDY, Krishna**

74 Agente: **de Elzaburu Márquez, Alberto**

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 2 370 571 T3

DESCRIPCIÓN

Película de poliéster con orientación biaxial, y procedimiento para su fabricación

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a una película de poliéster con orientación biaxial y al procedimiento para fabricarla. Más particularmente, se refiere a una película de poliéster con orientación biaxial que posee una propiedad de de-
 10 formación sencilla y uniforme, una elipticidad no mayor que 0,6, un coeficiente de Poisson no menor que 0,7 (con un alargamiento mayor que 25%), y una entalpía residual en el intervalo de 12 a 20%, una reducción continua del área residual de película hasta un alargamiento de 100%, y al procedimiento para fabricarla. Dicha película de poliéster con orientación biaxial tiene características de deformación sencillas y uniformes en la aplicación de tensión mecánica y/o térmica, y es útil en aplicaciones de envasado y embalaje de gama alta.

ANTECEDENTES Y TÉCNICA ANTERIOR DE LA INVENCION

15 En la aplicación de películas polímeras para el envasado, se requiere una excelente deformación uniforme de la película en todas las direcciones para envolver estrechamente los productos, a la vez que permite ver el producto sin ninguna distorsión. El envasado incluye envolver materiales tales como frascos de perfume, botellas de vino, canas-
 20 tillas, bombones de chocolate con licor, velas exóticas, huevos de pascua, panes, velas, chocolates, caramelos, productos de confitería y cualquier otro material que requiere un embalaje ajustado.

20 En la actualidad, los fabricantes de estas películas polímeras para las citadas aplicaciones exigen que los materiales de embalaje tengan un alto rendimiento, preserven el aroma, sabor y forma del producto, un excelente aspecto vi-
 25 sual y, al mismo tiempo, que no sean perjudiciales para el medioambiente. El desafío radica en encontrar un emba-
 30 laje apropiado que posea las propiedades correctas, incluida una deformación residual uniforme excelente y fácil-
 mente alcanzable, resistencia al desgarro, flexible y estéticamente aceptable.

25 Las películas utilizadas habitualmente en dichas aplicaciones son celofán, cloruro de polivinilo (PVC), polietileno de alta densidad (HDPE, por sus siglas en inglés), polipropileno moldeado, etc. Sin embargo, los inconvenientes aso-
 30 ciados con la película de celofán es que estas requieren recubrimientos de barrera adicionales contra la humedad, y las películas de PVC tienen problemas medioambientales. Las películas de poliolefinas no tienen la capacidad para alcanzar las propiedades mecánicas deseadas, y que son necesarias para las aplicaciones de embalaje. Así mismo, tampoco se prefieren las películas de celofán porque su coste de producción es elevado debido a la necesidad de tratar los contaminantes tóxicos emitidos durante su fabricación. Por otra parte, las películas de polietileno o polivini-
 35 lo con orientación uniaxial exhiben el problema de una propiedad de deformación insuficiente para lograr un emba-
 40 laje de ajuste estable, incluido el embalaje con torsión.

Por lo tanto, existe la necesidad de producir una película de este tipo y ha habido intentos de fabricar películas polí-
 45 meras dotadas de buenas propiedades de embalaje, unidas a propiedades mecánicas y químicas adecuadas, exen-
 tas de problemas medioambientales y de higiene alimentaria.

35 Por consiguiente, con el objetivo de superar los inconvenientes de las películas polímeras mencionados anterior-
 40 mente, los inventores han dado a conocer una película de poliéster con orientación biaxial, que posee múltiples ventajas con respecto a las películas disponibles en el comercio, hechas de celofán, PVC, poliolefinas, etc. Teniendo en consideración la creciente demanda actual y la que se prevé para campos de embalaje de gama alta, existe la necesidad de películas capaces de una deformación uniforme y sencilla para llevar a cabo un envasado cómodo y fácil. La película de la presente invención tiene una excelente propiedad de deformación, rigidez, resistencia a la
 45 punción, propiedades ópticas perfectas y facilidad de procesamiento. Exhibe más área por masa unitaria, por lo que es más económica que la mayoría de las películas restantes. Los autores de la presente invención han hecho el esfuerzo de producir películas estables, de buena calidad y gran eficacia, sin generar pérdidas de productividad, y apropiadas para ser usadas en máquinas de alta velocidad.

45 El documento WO 2006001659 describe una película de poliéster con orientación biaxial que tiene 70 grados o me-
 50 nos de plegabilidad, en donde la plegabilidad se obtiene plegando la película por la mitad, usando un Gradiente Térmico bajo condiciones de 0,2 MPa de presión, 1 seg y temperatura ambiente y calculando, después de 30 minu-
 55 tos, el grado de la porción plegada.

50 El documento EP 1582967 describe una película de poliéster, con orientación biaxial, transparente y eléctricamente conductora que comprende un recubrimiento que contiene partículas conductoras de óxido de indio-estaño y/o partí-
 55 culas de óxido de antimonio-estaño; y otros componentes conductores hallados en el recubrimiento que comprende partículas de óxido de indio-estaño y/o partículas de óxido de antimonio-estaño, o en una capa en contacto con el recubrimiento. También se describe un procedimiento para producir la película mono- o multicapa de poliéster, con orientación biaxial, transparente y eléctricamente conductora, que comprende: (1) extruir conjuntamente, a través de un troquel de película plana, las coladas correspondientes a las capas individuales de la película; (2) enfriar la pelí-

cula resultante; llevar a cabo el recalentamiento, efectuar el ajuste de rumbo que determina la orientación biaxial, y enfriar la película; y (3) aplicar el recubrimiento a la película fría.

5 El documento WO 2004003055 describe una película de poliéster con orientación biaxial producida a partir de un poliéster que comprende: (1) residuos diácidos que comprenden al menos 90 por ciento en moles de residuos de ácido tereftálico, residuos de ácido naftaleno-dicarboxílico, o combinaciones de los mismos; y (2) residuos de diol que comprenden al menos 90 por ciento en moles de residuos de 1,4-ciclohexanodimetanol; en donde el poliéster comprende un total de 100 por ciento en moles de residuos diácidos y un total de 100 por ciento en moles de residuos de diol.

10 El documento EP 1602683 describe una película de poliéster con orientación biaxial que comprende un poliéster que contiene unidades repetitivas que contienen ácido 1,4-ciclohexano-dicarboxílico y 1,4-ciclohexanodimetanol como componentes principales, y exhibe un punto de fusión no menor que 200 °C, en donde la película de poliéster con orientación biaxial muestra un porcentaje de contracción térmica no mayor que 5% medida a 130°C en cada una de sus direcciones, longitudinal y anchura, y una transmitancia total de luz no menor que 90%.

15 El documento WO 01 10928 se refiere a una película de poliéster aromático orientada y a un método para su fabricación. La película es biodegradable, transparente y termosellable, y posee excelentes propiedades mecánicas. La película comprende un componente ácido que es aproximadamente 50 a 90% en moles de ácido tereftálico, aproximadamente 0,2 a 6% en moles de sal metálica de ácido sulfónico, y aproximadamente 4 a 49,8% en moles de ácido dicarboxílico alifático; y un componente glicol que es aproximadamente 50 a 99,9% en moles de etilenglicol y aproximadamente 0,1 a 50% en moles de dietilenglicol. La película exhibe una fuerza de sellado por impulso y una fuerza de sellado de alta frecuencia de al menos 3 N/15 mm. Además, la película muestra una baja transmisión de vapor de humedad, de transmisión de oxígeno y transmisión de dióxido de carbono, siendo susceptible de sellado por ultrasonidos.

20 El documento EP 0787760 se refiere a una película de poliéster orientada que comprende 2,6-naftaleno-dicarboxilato de polietileno que contiene un componente glicol que tiene un calor de cristalización de 6 a 20 Julios/g, y que muestra una orientación biaxial. Estas películas son útiles como película de base para una cinta de grabación magnética o como película de aislamiento eléctrico.

25 El documento EP 0543308 se refiere a un poliéster acuoso que comprende un componente de ácido polibásico que contiene no menos de 5% en moles, basado en la cantidad total del componente ácido, de ácido fenil-indano-dicarboxílico. Se describe, igualmente, una película de poliéster que se adhiere fácilmente, en la que se aplica una capa delgada del poliéster acuoso sobre al menos una cara de la película de poliéster.

30 El documento EP 0574232 se refiere a una película de poliéster con orientación biaxial que se distingue por lo siguiente: (A) está compuesta por un copoliéster aromático que se obtiene con el uso de un compuesto de germanio como catalizador de policondensación, en donde el copoliéster tiene un punto de fusión en el intervalo de 210 a 245°C y una temperatura de transición vítrea no menor que 50°C, (B) tiene un índice de refracción en la dirección de espesor en el intervalo de 1,505 a 1,55, y un índice de refracción con la dirección de plano en el intervalo de 1,61 a 1,66°C, y (C) exhibe una excelente procesabilidad de conformación cuando se lamina sobre una chapa de metal y se somete a embutición profunda. Esta película muestra una excelente procesabilidad de conformación, resistencia al calor, resistencia a la fragilización bajo tratamientos de esterilización, y retención del sabor, y es de utilidad para recubrir superficies internas y externas de botes metálicos tales como los que contienen bebidas o alimentos.

35 El documento EP 0483757 describe una película de poliéster con orientación biaxial para uso en un capacitor que exhibe una resistencia optimizada a la degradación, cuyo poliéster tiene un componente ácido en el que al menos 90% en moles es ácido tereftálico y un componente glicol, del que al menos 97% en moles es 1,4-ciclohexanodimetanol; en esta película, la cantidad extraída con cloroformo no es mayor de 1,3% en peso por 24 horas.

40 El documento US 4241 170 se refiere a películas de poliéster modificado por la adición al medio de reacción, durante el proceso de polimerización, de un polietilenglicol de alto peso molecular y una sal de metal alcalino de un éster de ácido dicarboxílico sustituido con ácido sulfónico. Las películas preparadas a partir de diésteres de ácido tereftálico en presencia de los modificadores producen películas que exhiben una buena permeabilidad al vapor de agua.

OBJETIVOS DE LA INVENCION

50 El objetivo principal de la presente invención es ofrecer una película de poliéster biaxial con una elipticidad promedio de hasta 0,6, un coeficiente de Poisson no menor que 0,7 (con un alargamiento mayor que 25%) a lo largo de toda la red, y una entalpía residual en el intervalo de 12% a 20%, y una reducción continua del área residual de película hasta un alargamiento de 100%.

Todavía un objetivo adicional de la presente invención es ofrecer un procedimiento para preparar la película de poliéster con orientación biaxial, que exhibe propiedades de deformación sencillas y uniformes en aplicaciones de tensión mecánica y/o térmica y de utilidad en aplicaciones de embalaje de alta gama.

RESUMEN DE LA INVENCION

- 5 La presente invención se refiere a una película de poliéster, compuesta por una o múltiples capas, con orientación biaxial, fácilmente deformable, que tiene la elipticidad promedio, el coeficiente de Poisson y la entalpía residual especificados, y que se utiliza en aplicaciones de embalaje. La película deformable de la invención exhibe una variación de sus dimensiones bajo tensión mecánica, y conserva la deformación debido a que sus propiedades elásticas son totalmente diferentes de las de una película normal. La película de poliéster de la presente invención muestra una recuperación mucho más baja de la tensión y, al alargamiento, muestra una elasticidad marcadamente menor, como es evidente por su curva de alargamiento bajo una carga.

Las propiedades de la película de poliéster de la presente invención son completamente diferentes de las películas de poliéster transparentes y metalizables, que no son apropiadas para el uso de una película en un embalaje de torsión, embalaje de estiramiento, embalaje para regalo y otras muchas aplicaciones similares.

15 BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Figura 1(a) es un diagrama que muestra diez muestras de 250 mm cuadrados cortadas a lo largo de la red (a lo largo de la TD), con el fin de cubrir simétricamente la totalidad de la red.

- Figura 1(b) es un diagrama que muestra la recolección de muestras de ocho números de bandas de 25 mm de ancho a lo largo de 0°, 45°, 90°, 135°, 180°, 225°, 270° y 315° con respecto a la dirección de la máquina (MD) en una muestra de 250 mm cuadrados tomada para el análisis.

Figura 2 muestra una comparación de la elipticidad (e) para la película según la invención y una película BOPET normal (no apta para aplicaciones deformables). Los valores promedios de "e" son 0,44 y 0,77, respectivamente, para la película según la invención y la película normal. Los promedios han sido tomados sobre todo el ancho TD de la película.

- Figura 3 muestra una comparación del coeficiente de Poisson (p) para la película según la invención y una película BOPET normal (no apta para aplicaciones deformables). La figura muestra una marcada diferencia en los valores de las películas.

- Figura 4(a) muestra la variación de área de la película según la invención. Muestra una pérdida considerable de área tras el alargamiento, evidenciando de este modo una desviación de la naturaleza elástica de una película de poliéster típica. Esta desviación de la elasticidad demuestra que la película no es capaz de recuperarse de una deformación y, por lo tanto, es fácilmente deformable. La reducción de área está distribuida uniformemente en todas direcciones, de manera paralela a la superficie de la película, lo que demuestra que la deformación está distribuida de manera uniforme.

- Figura 4(b) muestra una película de poliéster típica, no apta para una deformabilidad sencilla, que exhibe una pequeña variación de área al alargamiento. El área al alargamiento es mayor que el área original, indicando así la naturaleza inherentemente elástica de la película.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

- En consecuencia, la presente invención se refiere a una película de poliéster con orientación biaxial, que se distingue por una elipticidad promedio no mayor que 0,6, un coeficiente de Poisson no menor que 0,7 (con un alargamiento mayor que 25%) a lo largo de todo el ancho de la red, y una entalpía residual en el intervalo de 12% a 20%, y una reducción continua del área residual de la película hasta un alargamiento de 100%. La película de poliéster con orientación biaxial tiene una temperatura de transición vítrea en el intervalo de 55°C a 80°C.

- Adicionalmente, la elipticidad promedio de la película de poliéster con orientación biaxial es de 0,1 a 0,5, más preferentemente 0,2 a 0,5, 0,3 a 0,5 y, de forma más preferida, de 0,2 a 0,4 y 0,2 a 0,3, el coeficiente de Poisson se encuentra en el intervalo de 0,6 a 1,0 a lo largo de todo el ancho de la red, y la entalpía residual está en el intervalo de 12% a 20%, así como el área residual de película en el intervalo de 50 a 60% con un alargamiento de 75%.

Dicha película de poliéster tiene una propiedad de deformación fácil y uniforme.

Otro aspecto de la presente invención se refiere a un procedimiento para preparar la película de poliéster biaxial, en donde dicho procedimiento comprende las etapas de:

- 50 a) Hacer reaccionar ácido dicarboxílico y alquilenglicol junto con aditivos para obtener un poliéster fundido,

- b) Extruir dicho poliéster fundido a través de un troquel, y enfriarlo sobre rodillos refrigerados para obtener una película de poliéster transparente,
- 5 c) Calentar la película de poliéster obtenida en la etapa (b) y orientarla en direcciones biaxiales, en donde las diferencias entre ΔTMC (la diferencia entre la temperatura de fusión y la temperatura de cristalización de dicha película) y TSMD (temperatura de estiramiento en dirección de la máquina) está en el intervalo de 45°C a 110°C, y la diferencia entre ΔTMC (la diferencia entre la temperatura de fusión y la temperatura de cristalización de dicha película) y TSTD (temperatura de estiramiento en dirección transversal) está en el intervalo de 35°C a 105°C con el fin de obtener una película fácilmente deformable,
- 10 d) La fijación térmica de la película deformable de la etapa (c), manteniendo una temperatura tal como la diferencia entre la temperatura de fijación térmica (TP) y la diferencia en la temperatura de cristalización y la temperatura de transición vítrea de dicha película (ΔTCG) se encuentra en el intervalo de 30°C a 120°C, y la diferencia entre la diferencia entre ΔTMC (diferencia de la temperatura de fusión y la temperatura de cristalización de dicha película) y TP (temperatura de fijación térmica) está en el intervalo de 25°C a 110°C, durante un periodo de tiempo en el intervalo de 1,0 a 20 segundos, con una relajación no mayor que 8% al objeto de obtener la película de poliéster deseada.
- 15

Mientras se lleva a cabo el procedimiento en la etapa (c), la diferencia entre ΔTMC (diferencia de la temperatura de fusión y la temperatura de cristalización de dicha película) y TSMD (temperatura de estiramiento en dirección de la máquina) se encuentra, preferentemente, en el intervalo de 45°C a 100°C, 45°C a 90°C, 45°C a 85°C, más preferentemente de 45°C a 80°C, 45°C a 70°C y, de forma especialmente preferida, de 45°C a 60°C y 45°C a 55°C, y la diferencia entre ΔTMC (diferencia de la temperatura de fusión y la temperatura de cristalización de dicha película) y TSTD (temperatura de estiramiento en dirección transversal) se encuentra, preferentemente, en el intervalo de 35°C a 105°C, 35°C a 90°C, 35°C a 85°C, 35°C a 75°C, 35°C a 65°C y 40°C a 85°C, 45°C a 65°C, 45°C a 60°C, con el fin de obtener una película fácilmente deformable.

20

El ácido dicarboxílico empleado para llevar a cabo el procedimiento se selecciona del grupo consistente en ácido 2,6-naftaleno-dicarboxílico, ácido isoftálico y ácido ftálico, ácidos dicarboxílicos alifáticos tales como ácido adípico y/o ésteres de los mismos, junto con tereftalato dimetílico o ácido tereftálico, cuando se usan como grupo de ácidos dicarboxílicos y mezclas de los mismos.

25

El alquilenglicol empleado para llevar a cabo el procedimiento se selecciona del grupo consistente en dietilenglicol, propilenglicol, butanodiol, hexanodiol, neopentilglicol, trans-1,4-ciclohexanodiol y cis-1,4-ciclohexanodiol, junto con etilenglicol cuando se utilizan como grupo de alquilenglicoles y sus mezclas.

30

En el presente procedimiento, en la etapa (a), se mezclan el ácido dicarboxílico y el alquilenglicol en una proporción de 1:0,3 a 1:0,5, y los aditivos son agentes antibloqueo, antioxidantes y estabilizadores.

En todavía un aspecto adicional de la presente invención, en la etapa (b) la extrusión del poliéster fundido se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 250°C a 300°C. Adicionalmente, en la etapa (b), el enfriamiento se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 30°C a 50°C.

35

En la etapa (c) del presente procedimiento, la diferencia de temperatura ΔTMC de dicha película con la temperatura de estiramiento en dirección de la máquina (TSMD) se encuentra, preferentemente, en el intervalo de 55°C a 95°C, 55°C a 80°C y 55°C a 65°C.

En la etapa (d) del presente procedimiento, la temperatura de fijación térmica (TP) se selecciona a partir de las siguientes condiciones:

40

TP max- ΔTCG (diferencia entre la temperatura de cristalización y la temperatura de transición vítrea de la película de poliéster) se encuentra en el intervalo de 30°C a 120°C, más preferentemente 40°C a 110°C y, de forma especialmente preferida, 45°C a 105°C, y ΔTMC -TP max está en el intervalo de 15°C a 100°C, más preferentemente 25°C a 90°C y, de forma especialmente preferida, 30°C a 85°C, y

TP min- ΔTCG se encuentra en el intervalo de 20°C a 70°C, más preferentemente 30°C a 80°C y, de forma especialmente preferida, 40°C a 90°C, y ΔTMC -TP min está en el intervalo de 65°C a 110°C, más preferentemente 55°C a 100°C y, de forma especialmente preferida, 50°C a 95°C.

45

En todavía otro aspecto de la presente invención, en la etapa (d) la temperatura de fijación térmica (TP) se selecciona de la forma descrita en este documento.

La película producida por el procedimiento anteriormente mencionado está equipada opcionalmente con recubrimientos antiestáticos con una resistividad de superficie menor que 10^{14} ohmios cm.

50

Adicionalmente, dicha película es apropiada para recubrimientos de SiOx y AlOx y, opcionalmente, está metalizada al vacío.

Dicha película tiene un espesor en el intervalo de 1 a 100 micrómetros.

- 5 La presente invención se refiere a una película de poliéster de una o múltiples capas, con orientación biaxial y fácilmente deformable, con la elipticidad promedio, el coeficiente de Poisson y la entalpía residual especificados, que se utiliza en aplicaciones de embalaje.

10 Películas de poliéster apropiadas para este propósito son las que se preparan a partir de etilenglicol y ácido tereftálico (o tereftalato dimetilico). Además de esto, cuando resulte adecuado, pueden contener unidades de ácidos dicarboxílicos aromáticos tales como ácido 2,6-naftaleno-dicarboxílico, ácido isoftálico, ácido ftálico, ácidos dicarboxílicos alifáticos tales como ácido adípico, ácido sebácico y, entre los ácidos dicarboxílicos cicloalifáticos, los ácidos ciclohexano-dicarboxílicos (en particular, el ácido ciclohexano-1,4-dicarboxílico); también se pueden utilizar otros alquilenglicoles tales como dietilenglicol, propilenglicol, butanodiol, hexanodiol y neopentilglicol y, entre los dioles alicíclicos, trans-1,4-ciclohexanodiol y cis-1,4-ciclohexanodiol, dioles aromáticos tales como hidroquinona, resorcinol, 4,4'-dioxi-difenol y 2,6-naftalenodiol.

- 15 La película de poliéster de la presente invención contiene aditivos apropiados tales como agentes antibloqueo, anti-oxidantes y estabilizadores; pueden estar presentes de forma individual o combinada.

20 En el proceso de extrusión para la producción de esta película, se extruye polímero fundido a través de un troquel y se enfría sobre un rodillo refrigerado como una película de poliéster transparente normal, en forma de una pre-película sustancialmente amorfa; a continuación, esta película se calienta nuevamente y se orienta en orientación biaxial secuencial o en una orientación biaxial simultánea.

Al objeto de obtener la película de poliéster con orientación biaxial deseada, se requieren las siguientes condiciones de procesamiento:

Con respecto al estiramiento en dirección longitudinal, las condiciones de estiramiento necesitan una temperatura de superficie del rodillo de calentamiento de 70°C a 110°C. En lo sucesivo, esta temperatura se denomina TSMD.

- 25 El valor preferido de TSMD debe estar comprendido entre TSMD max y TSMD min.

En donde TSMD max = temperatura de estiramiento máxima permisible en MD

TSMD min = temperatura de estiramiento mínima permisible en MD

Y TSMD max y TSMD min deben satisfacer las condiciones siguientes:

- 30 $\Delta TMC-TSMD \text{ max} = 45^\circ\text{C}$ a 90°C , más preferentemente $\Delta TMC-TSMD \text{ max} = 50^\circ\text{C}$ a 95°C y, de forma especialmente preferida, $\Delta TMC-TSMD \text{ max} = 55^\circ\text{C}$ a 95°C .

$\Delta TMC-TSMD \text{ min} = 65^\circ\text{C}$ a 110°C , más preferentemente $\Delta TMC-TSMD \text{ min} = 60^\circ\text{C}$ a 105°C y, de forma especialmente preferida, $\Delta TMC-TSMD \text{ min} = 55^\circ\text{C}$ a 100°C .

En donde $\Delta TMC = TM - TC$ y TM = temperatura de fusión en °C y TC = temperatura de cristalización en °C.

- 35 Proporción de estiramiento en el intervalo de 1,5 a 3,5, determinada por una proporción de velocidad de rotación de un rodillo calentado y de giro lento (corriente arriba) y un rodillo calentado de giro rápido (corriente abajo).

Con respecto al estiramiento en dirección transversal (TD), las condiciones de estiramiento requieren aproximadamente 90°C a 120°C en un dispositivo "tenter" y una proporción de estiramiento de aproximadamente 3,0 a 5,0 usando un dispositivo "tenter" en el que ambos extremos de la película se fijan con clips. En lo sucesivo, esta temperatura se denomina TSTD.

- 40 El valor preferido de TSTD debe estar comprendido entre TSTD max y TSTD min.

En donde TSTD max = temperatura de estiramiento máxima permisible en TD

TSTD min = temperatura de estiramiento mínima permisible en TD

Y TSTD max y TSTD min tienen las siguientes condiciones:

- 45 $\Delta TMC-TSTD \text{ max} = 35^\circ\text{C}$ a 85°C , más preferentemente $\Delta TMC-TSTD \text{ max} = 40^\circ\text{C}$ a 90°C y, de forma especialmente preferida, $\Delta TMC-TSTD \text{ max} = 45^\circ\text{C}$ a 90°C .

$\Delta TMC-TSTD$ min = 55°C a 105°C, más preferentemente $\Delta TMC-TSTD$ min = 50°C a 100°C y, de forma especialmente preferida, $\Delta TMC-TSTD$ min = 50°C a 95°C.

$\Delta TMC = TM - TC$, en donde TM = temperatura de fusión en °C y TC = temperatura de cristalización en °C.

- 5 Adicionalmente, la película fácilmente deformable de la presente invención puede fijarse de forma térmica en aproximadamente 1,0 a 20 segundos en el espacio posterior de un "tenter", con una relajación menor que 8%, más preferentemente menor que 5 y, de forma especialmente preferida, menor que 3%.

El valor preferido de la temperatura de fijación térmica debe estar, esencialmente, comprendido entre TP_{max} y TP_{min} ,

en donde TP_{max} y TP_{min} tienen las siguientes relaciones:

- 10 $TP_{max} - \Delta TCG = 30^\circ C$ a $120^\circ C$, más preferentemente = $40^\circ C$ a $110^\circ C$ y, de forma especialmente preferida, = $45^\circ C$ a $105^\circ C$, y $\Delta TMC-TP_{max} = 15^\circ C$ a $100^\circ C$, más preferentemente $\Delta TMC-TP_{max} = 25^\circ C$ a $90^\circ C$ y, de forma especialmente preferida, $\Delta TMC-TP_{max} = 30^\circ C$ a $85^\circ C$.

- 15 $TP_{min} - \Delta TCG = 20^\circ C$ a $70^\circ C$, más preferentemente $TP_{min} - \Delta TCG = 30^\circ C$ a $80^\circ C$ y, de forma especialmente preferida, $TP_{min} - \Delta TCG = 40^\circ C$ a $90^\circ C$, y $\Delta TMC-TP_{min} = 65^\circ C$ a $110^\circ C$, más preferentemente $\Delta TMC-TP_{min} = 55^\circ C$ a $100^\circ C$ y, de forma especialmente preferida, $\Delta TMC-TP_{min} = 50^\circ C$ a $95^\circ C$.

en donde $\Delta TCG = TC - TG$, TC = temperatura de cristalización en °C y TG = temperatura de transición vítrea en °C.

- 20 Las películas fabricadas con las condiciones de procedimiento anteriores exhiben una elipticidad promedio (de la elipse al máximo alargamiento) no mayor que 0,6, preferentemente 0,45, a lo largo de todo el ancho de la red, un coeficiente de Poisson (a un alargamiento mayor que 25%) no menor que 0,7, preferentemente no menor que 0,8 a lo largo de todo el ancho de la red de película, y una entalpía residual no menor que 12%, preferentemente 15% y un área residual de película (a un alargamiento de 75%) de 50 a 60%.

Es de destacar que la película de la presente invención, con las características mencionadas anteriormente, exhibe una excelente propiedad de deformación y es particularmente utilizable en aplicaciones que implican un embalaje en máquinas de alta velocidad, siendo totalmente diferente de la películas de poliéster normales.

- 25 En la forma de realización preferida, el espesor de la película de orientación biaxial de la invención se encuentra, por lo general, en el intervalo de 1 a 100 micrómetros, preferentemente 10 a 50 micrómetros y, preferentemente, 12 a 36 micrómetros.

Adicionalmente, la presente película puede recibir un tratamiento de superficie adecuado por descarga corona, plasma, tratamiento químico de la manera conocida convencionalmente.

- 30 Adicionalmente, la presente película comprende compuestos antiestáticos apropiados para uso interno, o en recubrimientos para uso externo, para lograr una resistividad de superficie deseada de la película menor que 10^{14} ohmios-cm. Los compuestos/recubrimientos antiestáticos son bien conocidos en la técnica tales como, por ejemplo, sulfonatos de alquilo, ésteres de glicerol, aminas y amidas alifáticas de cadena larga, ésteres de fosfato, sales de amonio cuaternario, polietilenglicoles, ésteres de polietilenglicol y aminas alifáticas etoxiladas de cadena larga, fosfatos de alcohol neutralizados, etc.

- 35 Adicionalmente, la presente película recibe, de manera apropiada, depósitos de vapores metálicos para aplicaciones metalizadas de, por ejemplo, metales conocidos tales como aluminio, silicio, etc., más preferentemente aluminio. También se utilizan aplicaciones de recubrimientos de SiO_x y AlO_x .

- 40 La película según la invención producida por medio de dichos parámetros procedimentales y que alcanza, de este modo, las propiedades de elipticidad de alargamiento, coeficiente de Poisson, entalpía residual, y área residual especificadas, es capaz de satisfacer todos los objetivos de producir una película fácilmente deformable con propiedades superiores de deformación, y que se pueden utilizar para diversos tipos de aplicaciones de embalaje.

Se utilizaron los siguientes métodos de ensayo para caracterizar las películas.

Métodos de ensayo

- 45 Método de preparación de muestras:

Se cortaron a lo largo de la red (a lo largo de TD) diez muestras de 250 mm cuadrados cada una, con el fin de cubrir simétricamente toda la red tal como se muestra en la Figura 1(a). Cada muestra se volvió a cortar en ocho bandas de 25 mm de ancho a lo largo de 0° , 45° , 90° , 135° , 180° , 225° , 270° y 315° con respecto a la dirección de la máquina (MD), tal como se muestra en la Figura 1(b). Cada banda de 25 mm de ancho se montó entre los mandriles de un

“dispositivo de ensayo de tensión” mecánico y se marcó una longitud de 100 mm en la muestra para medir las propiedades de elipticidad promedio, coeficiente de Poisson y área residual.

Elípticidad promedio (de la elipse de máximo alargamiento):

- 5 La elípticidad define la orientación de los cristaloides polímeros, en donde valores más elevados indican un grado de orientación mayor.

La medición de la elípticidad promedio (de la elipse de máximo alargamiento) y los cálculos se llevaron a cabo del modo siguiente:

Método de medición:

- 10 Cada conjunto de ocho bandas se sometió a la medición de los valores de máximo alargamiento en todos los ángulos, usando un dispositivo de ensayo de carga-alargamiento, actuando a una velocidad de 100 mm/min.

Se promediaron los valores de alargamiento máximo de 0/180, 45/225, 90/270, 135/315. El eje mayor (a) se toma como el mayor de los cuatro valores citados. El eje menor (b) es el valor perpendicular al eje mayor.

La elípticidad 'e' se calcula con la fórmula:

$$e = [1 - b^2/a^2]^{0.5}$$

- 15 (en donde los valores del eje mayor y eje menor son los valores observados)

Las diez muestras se midieron de acuerdo con este método con el objetivo de cubrir la totalidad de la red de la película.

Los valores de elípticidad y el valor de elípticidad promedio al máximo alargamiento de la elipse para películas tanto según la invención, como normales se trazaron como se muestra en la Figura 2.

- 20 **Coeficiente de Poisson**

Con el objetivo de conservar la deformación, la película debe cruzar su límite de elasticidad durante su aplicación prevista. Uno de los indicadores que caracterizan esta propiedad es un valor superior del coeficiente de Poisson, tal como se define más adelante, en comparación con una película de poliéster normal.

- 25 El coeficiente de Poisson (p), en este contexto, se define por la relación de la tensión de contracción transversal (ϵ transversal) con respecto a la tensión de contracción longitudinal (ϵ longitudinal).

$$(p) = - \epsilon \text{ transversal} / \epsilon \text{ longitudinal}$$

La tensión longitudinal (ϵ longitudinal) se define como la variación de longitud (ΔL) dividida por la longitud original (L).

La tensión transversal (ϵ transversal) se define como la variación del ancho (ΔW) dividida por el ancho original (W).

Método de medición:

- 30 El conjunto de ocho bandas se sometió a la medición del porcentaje de alargamiento longitudinal (E%) y de la contracción lateral (D%) a una velocidad de 100 mm/min.

La banda se sometió a una carga. A los porcentajes de alargamiento longitudinal (E%) de 5%, 10%, 15%, 25%, 35%, 50%, 75% y 100% se midió el ancho (W mm) en el punto central de la banda alargada mediante una escala montada horizontalmente. El porcentaje de contracción lateral D% se define como:

- 35
$$D\% = \{[(25-w)/25] \times 100\} \%$$

El coeficiente de Poisson (p) se define como $p = D\%/E\%$

Se trazaron las curvas de % de alargamiento frente a los coeficientes de Poisson de las películas según la invención y normales tal como se muestra en la Figura (3).

Entalpía residual y entalpía de fusión

- 40 La entalpía residual y la entalpía de fusión de la película según la invención se estudiaron usando Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) (Shimadzu, modelo DSC-60).

La película se calentó desde 30°C hasta 300°C, a una velocidad de 10°C/min en atmósfera de nitrógeno, con un caudal de 40 ml/min.

5 La película de poliéster de la presente invención mostró, tras el primer calentamiento, un pico exotérmico en el intervalo de 72°C a 110°C, con un valor de $\Delta H_f = 12-20$ J/g y un pico endotérmico a 240°C-260°C, con una entalpía de fusión de 46 a 50 J/g.

El pico exotérmico indicado anteriormente representa una entalpía residual existente en la película. Ello se debe a la cantidad y a la disposición espacial de regiones cristalinas y amorfas, y al método de fabricación.

Tg, Tc y Tm

Las temperaturas mencionadas anteriormente, es decir, Tg, Tc y Tm, se midieron también usando la misma DSC.

10 Resistividad de superficie

La resistividad de superficie de la presente película según la invención se midió de acuerdo con la norma ASTM D-257. La resistividad de superficie hallada estuvo en el intervalo de $1 \cdot 10^7$ a $1 \cdot 10^{15}$.

Área residual

Método de medición:

15 La longitud alargada residual (L+dL) y el ancho lateral contraído lateral (W-dW) se midieron usando un dispositivo de ensayo de tensión mecánico y una escala montada horizontalmente, empleando un método similar al de la medición del coeficiente de Poisson. Tras alcanzar el alargamiento, se retuvo la tensión durante 2 minutos y se relajó. El alargamiento residual (dL) y la contracción residual (dW) se midieron usando una escala de medición. Los valores de A y A_r se obtuvieron de la forma siguiente:

20 Método de cálculo:

Para una banda de longitud determinada L (longitud original) y ancho específico W (ancho original), alargamiento residual (dL) y contracción lateral residual (dW), el área A y el área residual A_r están determinadas por

$$A = L \cdot W$$

$$A_r = (L + dL)(W - dW)$$

25 Se trazaron todos los valores de área residual a diferentes porcentajes de alargamiento en un gráfico radar tal como se muestra en la Figura 4(a) y Figura 4(b), para películas según la invención y normales.

Deformabilidad

La deformabilidad de la película según la invención se clasifica de la manera siguiente:

30 Un área residual (medida al 75% de alargamiento) menor que 50% da como resultado escasas propiedades mecánicas y estabilidad dimensional y, por lo tanto, no apropiada para el uso previsto.

Un área residual (medida a 75% de alargamiento) de entre 50 a 60% se califica como excelente. Un área residual mayor que 60% tiene baja deformabilidad y se califica como escasa. (Todas las mediciones de área residual se refieren a un alargamiento de 75%).

35 Las ventajas de la invención descrita se alcanzan, por consiguiente, de manera económica, práctica y sencilla. Aunque se han mostrado y descrito aspectos preferidos y configuraciones ejemplares, se debe entender que para los expertos en la técnica resultarán evidentes otras diversas modificaciones y configuraciones adicionales. Se pretende que las formas de realización y configuraciones específicas descritas en este documento ilustren las formas preferidas y más adecuadas para llevar la invención a la práctica y no se deben interpretar como limitaciones del alcance de la invención.

40 Ejemplo 1

Se mezclan ácido tereftálico y etilenglicol purificados en una proporción molar de 1:1,2. Se prepara una suspensión a temperatura ambiente y se lleva a cabo una reacción de esterificación con agitación a 260°C y presión atmosférica. Se retira por destilación el agua formada durante la reacción.

45 Se agrega ácido fosfórico como estabilizador con 20 ppm de fósforo y se agregan también 300 ppm de trióxido de antimonio como catalizador de policondensación. A continuación, se lleva a cabo la policondensación, con agitación, a 280°C y una presión de 1 mbar.

Se alcanza la VI deseada de 0,62 midiendo el torque en rpm del agitador.

La colada de polímero obtenida de este modo se extruyó del troquel y se sometió a granulación para crear chips.

Estos chips se secan a una temperatura de 160°C, con una humedad menor que 50 ppm, y se alimentan a la extrusora.

- 5 Los chips secos se fundieron y extruyeron para formar la película, bajo las siguientes condiciones.

La película se estiró 3,25 veces en MD, a una TSMD según $\Delta TMC-TSMD$ de 65°C, y en TD a una TSTD según $\Delta TMC-TSTD$ de 65°C en 4,0 ocasiones. La película estirada se somete a fijación térmica en un horno a TP según $TP-\Delta TCG$ de 75°C, con una relajación de 2%.

Ejemplo 2

- 10 El proceso se lleva a cabo como se describe en el Ejemplo 1, con las condiciones siguientes:

La película se estiró 3,0 veces en MD, a una TSMD según $\Delta TMC-TSMD$ de 55°C, y en TD a una TSTD según $\Delta TMC-TSTD$ de 75°C en 3,5 ocasiones. La película estirada se somete a fijación térmica en un horno a TP según $\Delta TMC-TP$ de 85°C, con una relajación de 3%.

Ejemplo 3

- 15 El proceso se lleva a cabo como se describe en el Ejemplo 1, con las condiciones siguientes:

La película se estiró 3,5 veces en MD, a una TSMD según $\Delta TMC-TSMD$ de 75°C, y en TD a una TSTD según $\Delta TMC-TSTD$ de 55°C en 4,25 ocasiones. La película estirada se somete a fijación térmica en un horno a TP según $\Delta TMC-TP$ de 90°C, con una relajación de 0%.

Ejemplo 4

- 20 Se repitieron todas las condiciones operativas como en el Ejemplo 1, excepto una temperatura de fijación térmica TP según $\Delta TMC-TP$ de 110°C, con una relajación de 1%.

Ejemplo 5

Se repitieron todas las condiciones operativas como en el Ejemplo 1, excepto una temperatura de fijación térmica TP según $\Delta TMC-TP$ de 110°C, con una relajación de 2%.

- 25 **Ejemplo comparativo 1**

Todos los parámetros operativos se seleccionaron como en el Ejemplo 1, excepto TSTD y TP.

TSTD, según $\Delta TMC-TSTD$, de 30°C. La película estirada se somete a fijación térmica en el horno a una TP, según $TP-\Delta TCG$, de 130°C.

Ejemplo comparativo 2

- 30 Todos los parámetros operativos se seleccionaron como en el Ejemplo 1, excepto TSMD y TP.

TSMD, según $\Delta TMC-TSMD$, de 30°C. La película estirada se somete a fijación térmica en el horno a TP, según $TP-\Delta TCG$, de 10°C.

- 35 En las películas preparadas con diferentes condiciones de procesamiento se midieron la elipticidad, el coeficiente de Poisson y la entalpía residual. En estas muestras se comprobaron las áreas de película residual y se compararon en la Tabla 1 siguiente.

Tabla 1

Ejemplo	Δ TMC-TSMD °C	Δ TMC-TSTD °C	Δ TMC-TP °C	TP- Δ TCG °C	Elipticidad	Coefficiente de Poisson	Entalpía residual Julios/g	Deformabilidad
Ej. 1	65	65	-	75	0,4	0,85	19	Excelente
Ej. 2	55	75	85	-	0,5	0,75	19	Excelente
Ej. 3	75	55	90	-	0,4	0,90	18	Excelente
Ej. 4	65	65	40	-	0,4	0,85	16	Excelente
Ej. 5	65	65	110	-	0,5	0,85	12	Excelente
EC. 1	65	30	-	130	0,7	0,50	10	Escasa
EC. 2	30	65	-	10	0,8	0,40	6	Escasa

VENTAJAS

- 5
1. Películas uniforme y fácilmente deformables para aplicaciones cómodas y sencillas de embalaje, incluidos embalajes de alta gama.
 2. La película según la invención tiene excelentes propiedades de deformación, rigidez, resistencia a la punción, perfectas propiedades ópticas y facilidad de procesamiento.
 3. La película según la invención es suficientemente estable para ser usada en máquinas de alta velocidad.
- 10
4. La película según la invención se puede producir con un buen nivel de calidad, sin afectar a la productividad y eficiencia.
 5. Tiene una mayor área por masa unitaria, por lo que es más económica que la mayoría de las películas restantes.

REIVINDICACIONES

1. Una película de poliéster con orientación biaxial, que posee una elipticidad no mayor que 0,6, un coeficiente de Poisson no menor que 0,7 (a un alargamiento mayor que 25%) a lo largo de todo el ancho de la red, una entalpía residual en el intervalo de 12% a 20%, y una reducción continua del área residual hasta un alargamiento de 100%, por lo que se alcanza una deformación uniforme en todas las direcciones.
- 5 2. La película de poliéster con orientación biaxial según la reivindicación 1, en la que dicha película tiene una temperatura de transición vítrea en el intervalo de 55°C a 80°C.
3. La película con orientación biaxial según la reivindicación 1, en la que la película es apropiada para todas las aplicaciones de embalaje y similares.
- 10 4. Un procedimiento para producir la película de poliéster biaxial según la reivindicación 1, en donde dicho procedimiento comprende las etapas de:
 - a) hacer reaccionar un ácido dicarboxílico y un alquilenglicol, junto con aditivos, para obtener poliéster fundido,
 - b) extruir dicho poliéster fundido a través de un troquel y enfriarlo por medio de rodillos de refrigeración, con el fin de obtener una película de poliéster transparente,
 - 15 c) calentar la película de poliéster obtenida en la etapa (b) y orientar dicha película en dirección biaxial, en donde la diferencia entre ΔTMC (la diferencia entre temperatura de fusión y temperatura de cristalización de dicha película) y TSMD (temperatura de estiramiento en dirección de la máquina) se encuentra en el intervalo de 45°C a 110°C, y la diferencia entre ΔTMC (la diferencia entre temperatura de fusión y temperatura de cristalización de dicha película) y TSTD (temperatura de estiramiento en dirección transversal) está en el intervalo de 35°C a 105°C, con el fin de obtener una película fácilmente deformable,
 - 20 d) fijar de forma térmica la película deformable de la etapa (c) manteniendo la temperatura de manera que la diferencia entre la temperatura de fijación térmica (TP) y la diferencia entre la temperatura de cristalización y la temperatura de transición vítrea de dicha película (ΔTCG) esté en el intervalo de 30°C a 120°C, y la diferencia entre ΔTMC (diferencia entre temperatura de fusión y temperatura de cristalización de dicha película) y TP (temperatura de fijación térmica) esté en el intervalo de 25°C a 110°C, durante un periodo de tiempo en el intervalo de 1,0 a 20 segundos, con una relajación no mayor que 8% con el objetivo de obtener la película de poliéster deseada.
- 25 5. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que el ácido dicarboxílico se selecciona del grupo que comprende ácido 2,6-naftaleno-dicarboxílico, ácido isoftálico, y ácido ftálico, ácidos dicarboxílicos alifáticos tales como ácido adipico y/o ésteres del mismo, junto con tereftalato dimetilico o ácido tereftálico cuando se utiliza como grupo de ácidos dicarboxílicos y mezclas de los mismos.
- 30 6. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que el alquilenglicol se selecciona del grupo que comprende dietilenglicol, propilenglicol, butanodiol, hexanodiol, neopentilglicol, trans-1,4-ciclohexanodiol y cis-1,4-ciclohexanodiol, junto con etilenglicol cuando se utiliza como grupo de alquilenglicoles y mezclas de los mismos.
- 35 7. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que se mezclan en la etapa (a) el ácido dicarboxílico y el alquilenglicol en una proporción de 1:0,3 a 1:0,5.
8. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que los aditivos de la etapa (a) son agentes antibloqueo, antioxidantes y estabilizadores.
9. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que, en la etapa (b), la extrusión del poliéster fundido se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 250°C a 300°C.
- 40 10. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que el enfriamiento de la etapa (b) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 30°C a 50°C.
11. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que, en la etapa (c), la diferencia de temperatura de ΔTMC de dicha película con la temperatura de estiramiento en dirección de la máquina (TSMD) se encuentra en el intervalo de 55°C a 95°C.
- 45 12. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que, en la etapa (c), la diferencia de temperatura de ΔTMC de dicha película con la temperatura de estiramiento en dirección transversal (TSTD) se encuentra en el intervalo de 45°C a 90°C.
13. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que, en la etapa (d), la temperatura de fijación térmica (TP) se selecciona de las condiciones siguientes:

- TP max- Δ TCG (diferencia entre temperatura de cristalización y temperatura de transición vítrea de la película de poliéster) se encuentra en el intervalo de 30°C a 120°C, más preferentemente 40°C a 110°C y, de forma especialmente preferida, 45°C a 105°C, y Δ TMC-TP max se encuentra en el intervalo de 15°C a 100°C, más preferentemente 25°C a 90°C y, de forma especialmente preferida, 30°C a 85°C, y TP min- Δ TCG se encuentra en el intervalo de 20°C a 70°C, más preferentemente 30°C a 80°C y, de forma especialmente preferida, 40°C a 90°C, y Δ TMC-TP min se encuentra en el intervalo de 65°C a 110°C, más preferentemente 55°C a 100°C y, de forma especialmente preferida, 50°C a 95°C.
- 5
14. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que la película según la reivindicación 1 está dotada opcionalmente de un recubrimiento antiestático, para obtener una resistividad de superficie de la película menor que 10^{14} ohmios cm.
- 10
15. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que la película según la reivindicación 1 es apropiada para recubrimientos con SiOx y AlOx.
16. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que la película según la reivindicación 1 está opcionalmente metalizada al vacío.
- 15
17. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que la película según la reivindicación 1 exhibe un espesor en el intervalo de 1 a 100 micrómetros.

Figura 1(a):

Diez muestras de 250 mm cuadrados se cortaron a lo largo de la red (a lo largo de TD) con el fin de cubrir simétricamente la totalidad de la red, tal como se muestra a continuación.

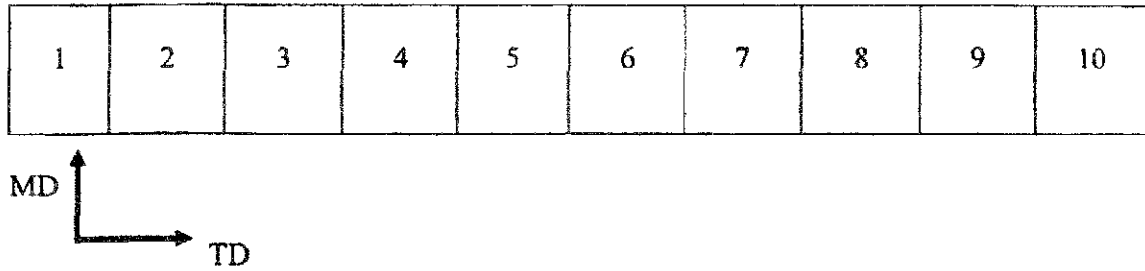


Figura 1(b): Diagrama para la extracción de muestras de ocho números de bandas de 25 mm de ancho a lo largo de 0°, 45°, 90°, 135°, 180°, 225°, 270° y 315° con respecto a la dirección de máquina (MD) a partir de la muestra de 250 mm cuadrados tomada para el análisis.

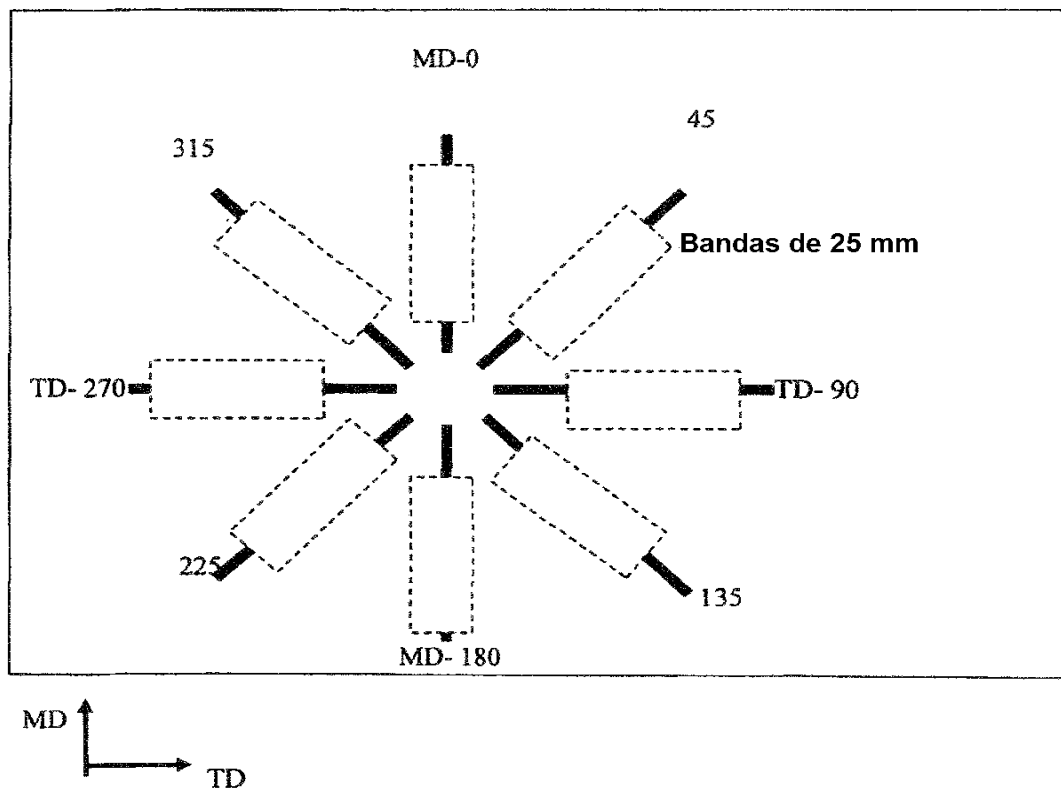


Figura 2

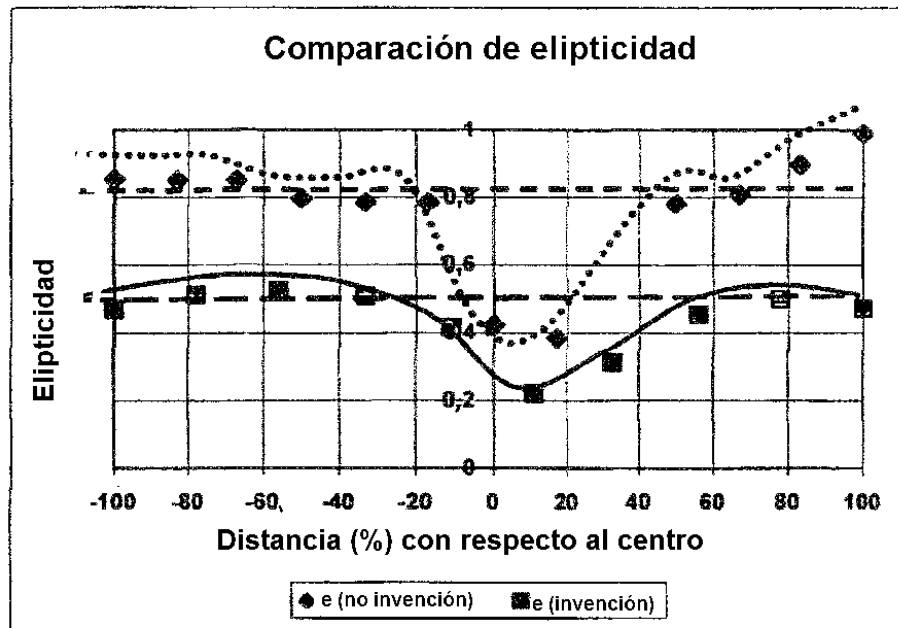


Figura 3

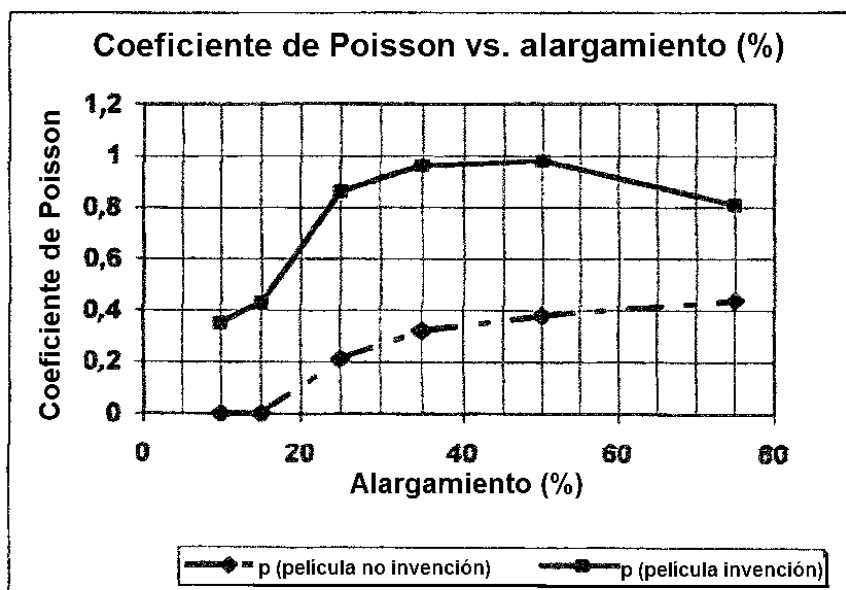


Figura 4(a)

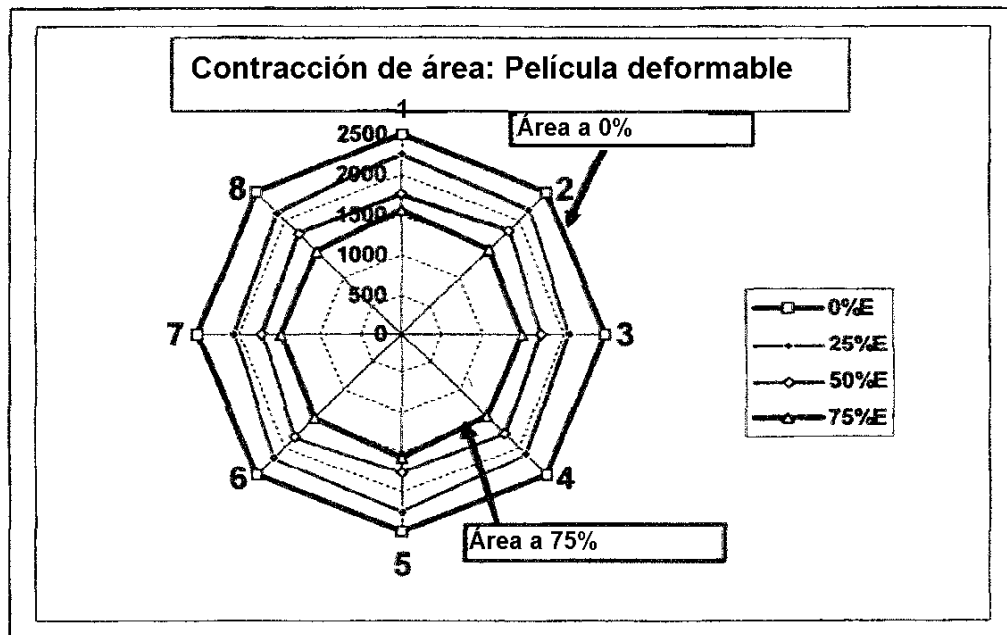


Figura 4(b)

