

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 381 520**

51 Int. Cl.:
C08L 23/10 (2006.01)
C08L 23/12 (2006.01)
C08L 23/14 (2006.01)
C08J 5/18 (2006.01)
C08L 23/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08856888 .6**
96 Fecha de presentación: **03.12.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2220158**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **25.08.2010**

54 Título: **Películas sellantes fundidas y sopladas de polipropileno para envasado esterilizable**

30 Prioridad:
05.12.2007 US 992453 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
29.05.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
29.05.2012

73 Titular/es:
Dow Global Technologies LLC
2040 Dow Center
Midland, MI 48674, US

72 Inventor/es:
DUGUID, Grant, W. y
DE MARCO, Rosanna

74 Agente/Representante:
de Elzaburu Márquez, Alberto

ES 2 381 520 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

Películas sellantes fundidas y sopladas de polipropileno para envasado esterilizable

Referencia cruzada a una solicitud relacionada

La presente solicitud reivindica prioridad del documento US2010255232.

5 Antecedentes

La presente divulgación se refiere a una película sellante de polipropileno fundida y soplada para aplicaciones de envasado, y especialmente a aquella película útil como capa de termosellado de una película multicapa que puede conformarse en un envase flexible o bolsa flexible esterilizable y sellarse, y calentarse entonces a una temperatura suficiente para pasteurizar o esterilizar su contenido.

10 Las bolsas esterilizables se encuentran en una variedad de formas y tamaños. Son dos formas comunes las bolsas de "tipo almohada" y "de fuelle" o "vertical". Estas bolsas son considerablemente más ligeras y con estructuras de menor coste para conservar y proteger alimentos, condimentos, medicinas y disoluciones estériles que otras estructuras, y son de uso comercial ampliamente extendido. Las bolsas típicas consisten en una o dos láminas de material laminado que se sellan conjuntamente alrededor de la periferia, generalmente por termosellado, antes o después del relleno. En el envasado de "conformación y relleno", las bolsas se conforman en la línea de producción realizando los sellados inferior y laterales de dos películas puestas en contacto superficial entre sí, añadiendo el material a conservar y conformando el sellado final para encerrar el alimento u otra sustancia a envasar, todo en una operación continua. La bolsa resultante es generalmente una bolsa de tipo almohada. Como alternativa, el procesador puede emplear bolsas prefabricadas que tienen un solo extremo abierto, que se rellenan entonces y se cierran o sellan después del relleno. Esta técnica es mejor adecuada para bolsas de fuelle. En una etapa final, se calientan normalmente la bolsa y su contenido para pasteurizar, esterilizar o cocinar el contenido, tal como mediante el uso de un horno o mediante vapor a presión en un esterilizador. Todas estas estructuras se designan en la presente memoria como bolsas esterilizables.

25 Para usarse en un proceso de esterilización, la bolsa debería satisfacer una serie de requisitos. Numerosos requisitos estatales e industriales determinan la idoneidad de los materiales que pueden usarse para envases flexibles, especialmente aquellos que se someterán a entornos de temperatura extrema, o en contacto con alimentos o medicinas. Se monitorizan exacta y cuidadosamente las propiedades físicas de estas bolsas flexibles: fuerza de adherencia por laminación, resistencia del termosellado, VTVA (velocidad de transferencia de vapor de agua), VTO (velocidad de transferencia de oxígeno), análisis de rotura, fuerza de apertura, contenido extraíble y otras propiedades. Típicamente, la bolsa debe permanecer sellada estanca y herméticamente después de exposición a temperaturas en el intervalo de 120-130°C durante 30 a 80 minutos a una presión de hasta 500 kPa, dependiendo del tamaño de la bolsa y del contenido en la bolsa. Además, el uso posterior, tal como transporte, manejo y caídas, no debe dar como resultado la ruptura de la bolsa sellada. Para algunas aplicaciones, se requiere también la transparencia de la bolsa.

35 Un tipo de laminado que está actualmente disponible para uso en la conformación de bolsas esterilizables flexibles comprende múltiples capas. Una capa se diseña para proporcionar una superficie protectora externa a la bolsa que evita el desarrollo de pinchazos u orificios y está deseablemente adaptada para recibir impresiones o gráficos sin migración de sustancias extrañas tales como tintas o disolventes al contenido de la bolsa. Pueden proporcionarse dos o más de las capas poliméricas anteriores cuando se desee una resistencia potenciada. Puede proporcionarse otra capa (una capa de barrera) para evitar o limitar la transferencia de vapor de agua u oxígeno a o desde el contenido de la bolsa. En ciertas construcciones, la capa o capas de enlace que unen las diversas capas de la construcción pueden servir también como capas de barrera. Por ejemplo, un material adhesivo que comprende nanopartículas de arcilla puede servir como capa de barrera además o en lugar de una capa de barrera diseñada específicamente. La capa final es generalmente una capa sellante que sirve en última instancia para unir la película (si se pliega sobre sí misma) o múltiples películas (si las capas sellantes de la misma se disponen en contacto superficial entre sí) hasta la bolsa deseada mediante la aplicación de calor y presión localizados, tal como con una barra o rodillo calentador.

50 Los materiales adecuados para conformar las diversas capas de los laminados anteriores incluyen poli(tereftalato de etileno) (PET), poliamidas y poliolefinas, tales como polipropileno para la capa o capas externas, láminas metálicas o capas de deposición metálica, polímeros de poli(cloruro de vinilo) o etileno/alcohol vinílico (EVOH) para la capa o capas de barrera, y poliolefinas o poliolefinas modificadas tales como copolímeros de etileno/ácido (met)acrílico, poliolefinas injertadas con anhídrido maleico, ionómeros y combinaciones de los anteriores entre sí o con un elastómero para la capa sellante. La capa sellante puede incluir un polipropileno cristalino (PPC) tal como polipropileno isotáctico, copolímeros de propileno/etileno isotácticos o combinaciones de los mismos con un elastómero, debido al bajo contenido extraíble y a las buenas propiedades adhesivas de dichas resinas.

55 Las diversas capas de las películas multicapa pueden mantenerse juntas mediante adhesivos, incluyendo adhesivos basados en disolvente, y, más preferiblemente, adhesivos sin disolventes tales como una resina epoxídica curable o un adhesivo de uretano de dos componentes. Como alternativa, muchas construcciones emplean películas

coextruidas en que se extruyen los diversos componentes, opcionalmente incluyendo capas de enlace o capas adhesivas, por un troquel o troquel multibloque, opcionalmente sobre un sustrato que comprende una o más de las capas de la película resultante, y se enfría para conformar la película multicapa deseada. Por facilidad de fabricación, rendimiento mejorado y posibilidad de alternar entre diversos materiales de construcción, así como un

5 coste de componentes reducido, o cuando se emplea una película metálica como una capa, es altamente deseable emplear películas preconformadas para las capas polimérica o no polimérica respectivas y construir la película multicapa deseada adhiriendo las diversas capas de película entre sí usando un adhesivo.

Las películas adecuadas, especialmente películas sellantes, para el uso anterior pueden prepararse colando películas que tengan las propiedades físicas deseadas. Particularmente con respecto a las resinas sellantes basadas en polipropileno disponibles actualmente, la técnica anterior está limitada porque la resina empleada se selecciona basándose en sus propiedades adhesivas para conseguir una amplia ventana de sellado y propiedades de fuerte adhesión inicial y después de esterilización. Como resultado, dichas resinas son generalmente deficientes en resistencia en estado fundido y pueden volverse películas solo mediante el uso de técnicas de película colada. Esto es debido al hecho de que dichas resinas generalmente no soportarán la formación de película mediante técnicas de fusión y soplado autotemplados estándares debido a su incapacidad para formar una burbuja estable a partir de polímero fundido. Las películas resultantes son típicamente más caras de producir que las películas fundidas y sopladas autotempladas (o como se designan a menudo, "películas sopladas autotempladas") porque el proceso de colado de película es generalmente un proceso de bajo volumen/alto coste, aumentando así el coste de las películas sellantes, construcciones de películas multicapa y bolsas esterilizables resultantes preparadas a partir de las mismas.

10
15
20

Se ha propuesto emplear un polipropileno de alta resistencia en estado fundido para preparar películas sopladas autotempladas y estructuras de película multicapa. Desventajosamente, aunque las películas resultantes poseen una dureza y apariencia mejoradas (especialmente una resistencia a la percusión superficial mejorada) en comparación con películas de polipropileno cristalinas coladas, generalmente carecen de propiedades de adhesión, especialmente resistencia de sellado después de esterilización.

25

Sería deseable que se proporcionara una composición de resina adhesiva basada en polipropileno que pueda usarse en la preparación de películas mediante la técnica de conformación de película fundida y soplada autotemplada y que posea propiedades de adhesión adecuadas para uso como una capa sellante en aplicaciones de envasado de película esterilizable multicapa.

Sería adicionalmente deseable que se proporcionara una película sellante que comprenda una resina de polipropileno que se prepare mediante técnicas de conformación de película fundida y soplada autotemplada y que posea propiedades de adhesión adecuadas para uso en aplicaciones de envasado de bolsa esterilizable. Preferiblemente, la película sellante contribuirá también tanto a la rigidez como a la dureza (medidas mediante la resistencia al impacto por dardo) de la bolsa esterilizable.

30

Sería también deseable que se proporcionara un laminado multicapa para uso en aplicaciones de envasado de bolsa esterilizable, que comprenda como capa externa del mismo una película sellante que comprenda una resina de polipropileno que se prepare mediante técnicas de conformación de película fundida y soplada autotemplada.

35

Además, sería deseable que la película sellante que comprende la resina de polipropileno exhibiera una proporción extraíble suficientemente baja (tanto la fracción soluble en xileno como las proporciones extraíbles solubles en n-hexano) para ser útil en entornos en que la película sellante puede estar en contacto con alimento y otros consumibles, tales como agua.

40

Finalmente, sería deseable que se proporcionara una bolsa esterilizable para uso en aplicaciones de envasado, estando formada dicha bolsa por uno o más laminados multicapa que comprenden una película sellante como capa externa de los mismos, comprendiendo dicha película sellante una resina de polipropileno y habiéndose preparado mediante una técnica de conformación de película fundida y soplada autotemplada.

45

Sumario

La presente divulgación expone una composición de resina que contiene polipropileno y puede usarse en la preparación de películas mediante la técnica de conformación de película soplada autotemplada, que posee propiedades de adhesión adecuadas para uso como capa sellante en aplicaciones de envasado de bolsa esterilizable multicapa. La composición de resina incluye: (A) de 80 a 98% en peso de un copolímero de propileno de impacto acoplado que incluye (1) de 77 a 98% en peso de un homopolímero de polipropileno y (2) de 2 a 23% en peso de un interpolímero de etileno- α -olefina; y (B) de 2 a 20% en peso de un copolímero de propileno-etileno que tiene de 2 a 10% en peso de unidades derivadas de etileno. La composición de resina tiene un índice de fluidez de 0,1 a 2,5 g/10 minutos o de 0,3 a 0,9 g/10 minutos, medido según la norma ASTM D1238, condición L (2,16 kg, 230°C).

50
55

En una realización, el copolímero de propileno de impacto acoplado incluye de 3 a 20% en peso de un caucho de etileno-propileno. El caucho de etileno-propileno tiene de 30 a 70% en peso de unidades derivadas de etileno y de 30 a 70% en peso de unidades derivadas de propileno.

En otra realización, el copolímero de propileno de impacto acoplado comprende (1) de 80 a 97% en peso de homopolímero de polipropileno y (2) de 3 a 20% en peso de caucho de etileno-propileno.

5 En otra realización, se proporciona una película que comprende una composición de resina que contiene polipropileno como se describe anteriormente, es decir, preparada mediante técnicas de conformación de película soplada autotemplada, que posee propiedades de adhesión adecuadas para uso como capa sellante en aplicaciones de envasado de bolsa esterilizable multicapa.

10 En aún otra realización, se proporciona un laminado multicapa para uso en aplicaciones de envasado de bolsa esterilizable, que comprende como capa externa del mismo una película sellante que comprende una composición de resina como se describe anteriormente, es decir, preparada mediante técnicas de conformación de película soplada autotemplada.

En una realización adicional, se proporciona una bolsa esterilizable para uso en aplicaciones de envasado, estando formada dicha bolsa por uno o más laminados multicapa que comprenden una película sellante como capa externa de la misma, comprendiendo dicha película sellante la composición de resina como se describe anteriormente, y habiéndose preparado mediante técnicas de conformación de película fundida y soplada autotemplada.

15 En una realización, se proporciona otra bolsa esterilizable. La bolsa esterilizable incluye una primera película soplada y una segunda película soplada opuesta. Cada película incluye una primera capa que puede ser una capa externa, una segunda capa que puede ser una capa central y una tercera capa que puede ser una capa interna. La primera capa está compuesta por un copolímero de propileno-etileno. La segunda capa está compuesta por un copolímero de propileno de impacto acoplado. La tercera capa está compuesta por un copolímero de propileno-etileno. El copolímero de propileno-etileno de la primera y tercera capas puede ser igual o diferente. Un termosellado se extiende a lo largo de la periferia común de la primera lámina y segunda lámina. La bolsa está exenta de arrugas después de esterilización. En una realización, la primera capa se coextruye con la segunda capa y la segunda capa se coextruye con la tercera capa. En otras palabras, la primera y tercera capas se coextruyen con la segunda capa.

25 En una realización, la segunda capa es una combinación de copolímero de propileno de impacto acoplado y copolímero de propileno-etileno. La segunda capa puede incluir aproximadamente un 70% en peso de copolímero de propileno de impacto acoplado y aproximadamente un 30% en peso de copolímero de propileno-etileno, basándose en el peso total de la segunda capa.

30 En una realización, el copolímero de propileno de impacto acoplado utilizado se forma mediante la reacción de un agente de acoplamiento con el copolímero de propileno de impacto. El copolímero de propileno de impacto acoplado se forma mediante la reacción de un copolímero de propileno de impacto con un agente de acoplamiento tal como bis(sulfonilazida). Para satisfacer los requisitos de contacto con alimentos de los distintos organismos reguladores del envasado alimentario, el copolímero de propileno-etileno puede incluir de 2 a 7% en peso de unidades derivadas de etileno, o de 4 a 6% en peso de unidades derivadas de etileno.

35 En una realización, la composición de resina usada para preparar la capa de película sellante posee suficiente resistencia en estado fundido para poder conformarse en películas mediante el proceso de conformación de película fundida y soplada autotemplada, pero retiene suficientes propiedades adhesivas para formar buenos sellados en condiciones de termosellado y proporciona una buena dureza (como se exhibe por la resistencia a impacto por dardo) y una rigidez adicional a las películas y envasados esterilizables. Dichas resinas sellantes se desean para uso en la conformación de bolsas esterilizables para uso en aplicaciones de envasado esterilizables. El copolímero de propileno de impacto acoplado puede exhibir menos de un 2,6% en peso de proporción extraíble en n-hexano a 50°C, y menos de un 30% en peso de fracciones extraíbles en xileno a 25°C.

45 La película apta para uso como capa sellante (capa de película sellante) exhibe un módulo de tracción de al menos 551,6 MPa, cuando se ensaya según la norma ASTM D882-02. Además, una película soplada apta para uso como capa sellante exhibe un valor de impacto por dardo de al menos 1575 g/mm cuando se mide según la norma ASTM D1709 método A. La capa de película sellante puede exhibir menos de un 2,6% en peso de fracción extraíble en n-hexano a 50°C y menos de un 30% en peso de fracción extraíble en xileno a 25°C, como se mide según el 21 CFR 177.1.520(c)3.2a.

50 Al satisfacer los requisitos de módulo descritos anteriormente y los valores de impacto por dardo descritos anteriormente, la capa de película sellante proporcionará una excelente rigidez y dureza a la estructura de película global, además de excelentes propiedades sellantes. Esto está en contraposición con la mayoría de películas sellantes, que típicamente reducen la rigidez y/o dureza de la estructura de película global y por tanto de la bolsa esterilizable.

Breve descripción de los dibujos

La FIG. 1 es una vista en planta de una bolsa esterilizable de tipo almohada de la presente divulgación.

55 La FIG. 2 es una vista en perspectiva de una bolsa esterilizable vertical de la presente divulgación.

La FIG. 3 es una vista en sección transversal de una lámina de una bolsa esterilizable tricapa mostrada en la FIG. 1.

La FIG. 4 es una vista en perspectiva de una bolsa esterilizable de la presente divulgación.

La FIG. 5 es una vista en sección transversal de una película multicapa de la presente divulgación.

Descripción detallada

- 5 Todas las referencias a la Tabla Periódica de los Elementos designarán la Tabla Periódica de los Elementos publicada y registrada por CRC Press, Inc., 2003. Cualquier referencia además a un grupo o grupos será al grupo o grupos reflejados en esta Tabla Periódica de los Elementos usando el sistema IUPAC para numeración de grupos.

10 Cualquier intervalo numérico citado en la presente memoria incluye todos los valores desde el valor inferior hasta el valor superior, en incrementos de una unidad, a condición de que haya una separación de al menos dos unidades entre cualquier valor inferior y cualquier valor superior. Como ejemplo, si se afirma que una propiedad composicional, física u otra tal como, por ejemplo, peso molecular o índice de fluidez, es de 100 a 1.000, se pretende que todos los valores individuales, tales como 100, 101, 102, y subintervalos, tales como de 100 a 144, de 155 a 170 y de 197 a 200, estén enumerados expresamente en esta memoria descriptiva. Para intervalos que contienen valores que son menores de 1, o que contienen números fraccionarios mayores de 1 (por ejemplo, 1,1, 1,5), se considera que es una unidad 0,0001, 0,001, 0,01 o 0,1, según sea apropiado. Para intervalos que contienen números de una sola cifra menores de 10 (por ejemplo, de 1 a 5), se considera típicamente que 0,1 es una unidad. Estos son solo ejemplos de lo que se pretende específicamente, y se considera que todas las posibles combinaciones de valores numéricos entre el valor menor y el valor mayor se indican expresamente en esta solicitud. Los intervalos numéricos se han indicado, como se da a conocer en la presente memoria, con referencia a densidad, porcentaje en peso de componentes, tangente de delta, pesos moleculares y otras propiedades.

15 El término “comprende” y derivados del mismo no se pretende que excluya la presencia de cualquier componente, etapa o procedimiento adicional, se dé a conocer o no en la presente memoria. Para evitar cualquier duda, todas las composiciones reivindicadas en la presente memoria mediante el uso del término “comprende” pueden incluir cualquier aditivo, coadyuvante o compuesto adicional, polimérico o de otro tipo, a menos que se afirme lo contrario. En contraposición, el término “consiste esencialmente en” excluye del alcance de cualquier indicación posterior cualquier otro componente, etapa o procedimiento, excepto aquellos que no son esenciales para la operabilidad. El término “consiste en” excluye cualquier componente, etapa o procedimiento no designado o enumerado específicamente. El término “o”, a menos que se afirme otra cosa, designa los miembros enumerados individualmente así como en cualquier combinación.

20 El término “polímero” incluye tanto homopolímeros, es decir, polímeros homogéneos preparados a partir de un solo compuesto o monómero reactivo formador de polímero, como copolímeros (designados intercambiamente en la presente memoria como interpolímeros), lo que significa polímeros preparados mediante reacción de al menos dos compuestos reactivos formadores de polímero.

25 Como se usa en la presente memoria con respecto a un compuesto químico, a menos que se indique específicamente otra cosa, el singular incluye todas las formas isoméricas y viceversa (por ejemplo, “hexano” incluye todos los isómeros de hexano individual o colectivamente). Los términos “compuesto” y “complejo” se usan intercambiamente en la presente memoria para designar compuestos orgánicos, inorgánicos y organometálicos. El término “átomo” designa el constituyente menor de un elemento independientemente del estado iónico, es decir, tanto si el mismo porta una carga o carga parcial o está unido a otro átomo como si no. El término “heteroátomo” designa un átomo distinto de carbono o hidrógeno.

Copolímero de propileno de impacto acoplado

30 La presente divulgación proporciona una composición de resina que incluye un copolímero de propileno de impacto acoplado y un copolímero de propileno-etileno. El copolímero de propileno de impacto acoplado se forma mediante la reacción de un agente de acoplamiento (como se describe adicionalmente a continuación) con un copolímero de propileno de impacto.

35 El término “copolímero de propileno de impacto” se usa en la presente memoria para designar copolímeros de propileno heterofásicos en que el propileno es la fase continua y una fase elastomérica está dispersada en el mismo. La fase elastomérica puede contener también regiones cristalinas, y puede considerarse parte de la fase elastomérica. Los copolímeros de propileno de impacto son el resultado de un proceso en el reactor en lugar de una combinación física. Típicamente, los copolímeros de propileno de impacto se forman en un proceso dual o multietapa, que implica opcionalmente un solo reactor en el que tienen lugar al menos dos etapas de proceso, u opcionalmente múltiples reactores. Los copolímeros de propileno de impacto están comercialmente disponibles y son bien conocidos por los especialistas en la materia, por ejemplo, como se describe por E. P. Moore, Jr. en “Polypropylene Handbook”, Hanser Publishers, 1996, páginas 220-221 y las patentes de EE.UU. n.º 3.893.989 y 4.113.802. La fase elastomérica puede ser un caucho copolimérico basado en etileno, tal como cauchos de etileno-propileno, etileno-1-buteno y/o etileno-propileno-1-buteno. En una realización, la fase elastomérica es un interpolímero de etileno- α -olefina.

ES 2 381 520 T3

La fase continua del copolímero de propileno de impacto puede ser un homopolímero de polipropileno o un copolímero de propileno y α -olefina o un terpolímero. En una realización, la fase continua del copolímero de propileno de impacto es un polímero de propileno homopolimérico (homopolipropileno) y la fase elastomérica está compuesta por un copolímero o terpolímero que contiene de 30 a 70% en peso de unidades monoméricas derivadas de etileno. El porcentaje en peso de unidades derivadas de etileno está basado en el peso total de la fase elastomérica. Todos los valores individuales y subintervalos de 30-70% en peso de unidades monoméricas derivadas de etileno están incluidos y se dan a conocer en la presente memoria. Por ejemplo, el copolímero o terpolímero puede contener de 35 a 65% en peso de unidades monoméricas derivadas de etileno.

El copolímero de propileno de impacto contiene de 3% en peso a 11% en peso de unidades monoméricas derivadas de etileno, basándose en el peso total del copolímero de propileno de impacto. Todos los valores individuales y subintervalos de 3-11% en peso están incluidos y se dan a conocer en la presente memoria. Por ejemplo, el porcentaje en peso de unidades derivadas de etileno puede ser desde un límite inferior de 3%, 5% o 6% hasta un límite superior de 9%, 10% u 11%. En una realización, el copolímero de propileno de impacto tiene un índice de fluidez de 1,0 g/10 min a 5,0 g/10 min, o de 1,1 g/10 min a 1,3 g/10 min (o cualquier valor o subintervalo entre ellos), o de 1,2 g/10 min. El índice de fluidez se determina según el procedimiento de la norma ASTM D-1238 (condición L). El copolímero de propileno de impacto puede tener un contenido de unidades derivadas de etileno de 5% en peso a 10% en peso, o de 7% en peso a 9% en peso (o cualquier valor o subintervalo entre ellos), o de 8,5% en peso (basado en el peso total del copolímero de propileno de impacto). En una realización adicional, el copolímero de propileno de impacto es un copolímero de propileno de impacto medio con la referencia C 104-01, disponible en Dow Chemical Company, Midland, Michigan. Las propiedades de C 104-01 se exponen en la Tabla 1 siguiente.

Tabla 1: Propiedades de C 104-01

Propiedades físicas	Sistema métrico	Sistema inglés	Método de ensayo
Densidad	0,900 g/cm ³	0,0325 lb/in ³	ASTM D792
Fluidez	1,20 g/10 min	1,20 g/10 min	2,16 kg; 230°C; ASTM D1238
Propiedades mecánicas			
Propiedades mecánicas	Sistema métrico	Sistema inglés	Comentarios
Resistencia a la tracción de rotura	26,9 MPa	3900 psi	Moldeado y ensayado según las normas ASTM D4101; ASTM D 638
Alargamiento de rotura	9,00%	9,00%	Moldeado y ensayado según las normas ASTM D4101; ASTM D 638
Módulo de flexión	1,24 GPa	180 ksi	1% secante; moldeado y ensayado según las normas ASTM D4101; ASTM D790A
Resistencia al impacto Izod entallado	1,87 J/cm	3,50 ft-lb/in	Moldeado y ensayado según las normas ASTM D4101; ASTM D256A
Propiedades térmicas			
Propiedades térmicas	Sistema métrico	Sistema inglés	Comentarios
Temperatura de deformación a 0,46 MPa (66 psi)	87,8°C	190°F	No asociado; moldeado y ensayado según las normas ASTM D4101 y ASTM D648

En una realización, la cantidad de fase elastomérica presente en el copolímero de propileno de impacto es adecuada para permitir el contacto entre la composición de resina y alimentos y/u otros comestibles. En otras palabras, el copolímero de propileno de impacto tiene una fracción soluble en xileno y/o una fracción extraíble en n-hexano que es menor o igual a los límites establecidos por agencias estatales tales como la Food and Drug Administration de EE.UU., las agencias reguladoras de alimentos de la Unión Europea y/o la Japan Hygienic Olefin and Styrene Plastics Association. En una realización adicional, la composición de resina está de acuerdo con uno o más de los siguientes reglamentos de la Food and Drug Administration de EE.UU.: 21 CFR 177.1520(c).

En una realización, la fase continua es un copolímero de propileno-etileno que contiene 2-7% en peso de unidades -CH₂CH₂- derivadas de monómero de etileno, basándose en el peso total de la fase continua. Todos los valores individuales y subintervalos de 2-7% en peso se incluyen y se dan a conocer en la presente memoria. En una realización, las unidades derivadas del contenido de etileno de la fase continua son menores de un 5%. En una realización adicional, el copolímero de propileno de impacto acoplado tiene una cantidad aceptablemente baja de

fracción soluble en xileno y/o niveles extraíbles con n-hexano (según las agencias reguladoras de alimentos estatales) y es adecuado para una aplicación que implique contacto con comestibles, independientemente de la composición de la fase continua.

5 El copolímero de propileno de impacto se hace reaccionar con un agente de acoplamiento para formar el copolímero de propileno de impacto acoplado. Como se usa en la presente memoria, un "agente de acoplamiento" es un compuesto químico que contiene al menos dos grupos reactivos que son cada uno capaz de formar un grupo carbeno o nitreno que pueden insertarse en los enlaces de carbono-hidrógeno de grupos alifáticos, CH, CH₂ o CH₃, y también grupos CH aromáticos, de una cadena polimérica. Los grupos reactivos pueden acoplar conjuntamente cadenas poliméricas. Puede ser necesario activar un agente de acoplamiento con calor, energía sónica, radiación u
10 otra energía activadora química para que el agente de acoplamiento sea eficaz para acoplar cadenas poliméricas. Los ejemplos no limitantes de compuestos químicos que contienen un grupo reactivo capaz de formar un grupo carbeno incluyen diazoalcanos, grupos metileno sustituidos geminalmente y metalocarbenos. Los ejemplos de compuestos químicos que contienen grupos reactivos capaces de formar grupos nitreno incluyen, pero sin limitación, fosfazenazidas, sulfonilazidas, formilazidas y azidas.

15 En una realización, el agente de acoplamiento se selecciona del grupo consistente en fosfazenazidas, sulfonilazidas y formilazidas.

La composición de resina puede comprender de 200 a 1000 partes en peso de agente de acoplamiento por millón de partes de copolímero de propileno de impacto. Todos los valores individuales y subintervalos de 200 a 1000 partes por millón se incluyen en la presente memoria. La presencia del agente de acoplamiento en el copolímero de
20 propileno de impacto puede ser desde un límite inferior de 200 ppm o 400 ppm hasta un límite superior de 600 ppm o 800 ppm o 1.000 ppm. Los agentes de acoplamiento ejemplares incluyen, pero sin limitación, poli(sulfonilazida) y una bis(sulfonilazida). Los ejemplos no limitantes de poli(sulfonilazida) incluyen 1,5-pentanobis(sulfonilazida), 1,8-octanobis(sulfonilazida), 1,10-decanobis(sulfonilazida), 1,10-octadecanobis(sulfonilazida), 1-octil-2,4,6-bencenotris(sulfonilazida), 4,4'-difenileterbis(sulfonilazida), 1,6-bis-(4'-sulfonazidofenil)hexano, 2,7-
25 naftalenobis(sulfonilazida) y sulfonilazidas mixtas de hidrocarburos alifáticos clorados que contienen de media de 1 a 8 átomos de cloro y de 2 a 5 grupos sulfonilazida por molécula, y mezclas de los mismos. Los ejemplos no limitantes de bis(sulfonilazida) incluyen oxibis-(4-sulfonilazidobenceno), 2,7-naftalenobis(sulfonilazida), 4,4'-bis(sulfonilazido)bifenilo, 4,4'-difenileterbis(sulfonilazida) y bis-(4-sulfonilazidofenil)metano y mezclas de los mismos. En una realización, el agente de acoplamiento puede ser, por ejemplo, 4,4'-difeniloxobis(sulfonilazida).

30 Las sulfonilazidas están comercialmente disponibles o se preparan mediante la reacción de azida de sodio con el correspondiente cloruro de sulfonilo, aunque se ha usado la oxidación de sulfonilhidrazinas con diversos reactivos (ácido nitroso, tetróxido de dinitrógeno, tetrafluoroborato de nitrosonio).

Las sulfonilazidas y otras azidas pueden ser sensibles a choques. Puede ser necesario flegmatizar las azidas o proteger de otro modo las azidas de reaccionar durante la fabricación y procesamiento de la azida, o el transporte y
35 manejo de la azida. Como se usa en la presente memoria, "flegmatizar" designa métodos para reducir la sensibilidad a choques de un producto químico o especie química mezclando o combinando el producto químico reactivo con un producto químico inerte o menos reactivo. Por ejemplo, pueden combinarse conjuntamente un antioxidante y un agente de acoplamiento formando una fusión molecular, y la formación de esta fusión molecular puede flegmatizar el agente de acoplamiento.

40 En una realización, el agente de acoplamiento es un componente de una fusión molecular. Como se usa en la presente memoria, una "fusión molecular" es una combinación de un agente de acoplamiento y un antioxidante, que opcionalmente contiene también otros aditivos poliméricos. El agente de acoplamiento y el antioxidante forman un complejo en que los espectros Raman respecto a los grupos formadores de grupos nitreno están desplazados en comparación con los espectros Raman exhibidos por los grupos formadores de grupos nitreno del agente de
45 acoplamiento solo.

Ocurre una reacción de acoplamiento entre el copolímero de propileno de impacto y el agente de acoplamiento, formando el copolímero de propileno de impacto. Como se usa en la presente memoria, "acoplar" o "acoplado" designa modificar la reología de un polímero haciendo reaccionar el polímero con un agente de acoplamiento adecuado. Por tanto, un "copolímero de propileno de impacto acoplado" se caracteriza por un aumento de la
50 resistencia en estado fundido de al menos aproximadamente un 25% y una reducción del índice de fluidez, en comparación con el copolímero de propileno de impacto antes del acoplamiento. En una realización, el copolímero de propileno de impacto acoplado utilizado en la composición de resina tiene una resistencia en estado fundido de al menos 8 cN a 30 cN (medida a 190°C). Todos los valores individuales y subintervalos de 8 cN a 30 cN se incluyen y dan a conocer en la presente memoria. Por ejemplo, el copolímero de propileno de impacto acoplado puede tener un
55 límite inferior de resistencia en estado fundido de 8 cN o 12 cN, y un límite superior de resistencia en estado fundido de 25 cN o 30 cN. El índice de fluidez (MFR en inglés) del copolímero de propileno de impacto acoplado utilizado en la composición de resina es de 0,1 a 2,7 g/10 min según la norma ASTM D-1238, condición L (2,16 kg, 230°C). Todos los valores individuales y subintervalos de 0,1 g/10 min a 2,7 g/10 min se incluyen y dan a conocer en la presente memoria. Por ejemplo, el MFR puede tener un límite inferior de 0,1 g/10 min o 0,2 g/10 min o 0,3 g/10 min y
60 un límite superior de 0,8 g/10 min, 1,0 g/10 min, 1,5 g/10 min o 2,7 g/10 min. La densidad del copolímero de

propileno de impacto acoplado está entre 0,895 y 0,910 g/cm³. Todos los valores individuales y subintervalos de 0,895 g/cm³ a 0,910 g/cm³ están incluidos y se dan a conocer en la presente memoria. Es un ejemplo no limitante de copolímero de propileno de impacto acoplado adecuado INSPIRE™ D114, disponible en Dow Chemical Company, Midland, Michigan. INSPIRE™ D114 tiene una densidad de 0,90 g/cm³, un índice de fluidez de 0,5 g/10 min y un módulo de tracción de 551,6 MPa a 999,8 MPa o de aproximadamente 896,4 MPa medido según la norma ASTM D882-02. En una realización, el copolímero de impacto acoplado tiene una fracción extraíble en n-hexano menor de un 2,6% en peso medida a 50°C según el 21 CFR 177.1520(c)3.2a.

Copolímero de propileno-etileno

Para mejorar las propiedades adhesivas de la resina sellante, la composición de resina incluye de 1 a 20% de un copolímero de propileno-etileno, basándose en el peso total de la composición de resina. Todos los valores individuales y subintervalos de 1% en peso a 20% en peso se incluyen y dan a conocer en la presente memoria. Por ejemplo, el copolímero de propileno-etileno puede tener un límite inferior de porcentaje en peso de 1%, 2% o 3,5%, y un límite superior de porcentaje en peso de 10% en peso o 20% en peso. El copolímero de propileno-etileno puede contener de 2 a 10% en peso de unidades derivadas de etileno (o cualquier valor o subintervalo entre ellos) o de 3 a 8% en peso de unidades derivadas de etileno, o de 3,5 a 7,0% en peso de unidades derivadas de etileno. El porcentaje en peso está basado en el peso total del copolímero de propileno-etileno.

En una realización, el copolímero de propileno/etileno se caracteriza por tener secuencias de propileno sustancialmente isotácticas. "Secuencias de propileno sustancialmente isotácticas" significa que las secuencias tienen una triada isotáctica (mm) medida por RMN-¹³C mayor de aproximadamente 0,85; como alternativa, mayor de aproximadamente 0,90; como otra alternativa, mayor de aproximadamente 0,92 y como otra alternativa mayor de aproximadamente 0,93. Las triadas isotácticas son bien conocidas en la materia y se describen, por ejemplo, en la patente de EE.UU. n° 5.504.172 y la publicación internacional n° WO 00/01745, que designa la secuencia isotáctica en términos de unidad de triada en la cadena molecular copolimérica determinada mediante espectros de RMN-¹³C.

En una realización, el copolímero de propileno/etileno tiene un índice de fluidez en el intervalo de 0,1 a 15 g/10 minutos, medido según la norma ASTM D-1238 (a 230°C/2,16 kg). Todos los valores individuales y subintervalos de 0,1 a 15 g/10 minutos se incluyen y dan a conocer en la presente memoria; por ejemplo, el índice de fluidez puede ser desde un límite inferior de 0,1 g/10 minutos, 0,2 g/10 minutos o 0,5 g/10 minutos hasta un límite superior de 15 g/10 minutos, 10 g/10 minutos, 8 g/10 minutos o 5 g/10 minutos. Por ejemplo, el copolímero de propileno/etileno puede tener un índice de fluidez en el intervalo de 0,1 a 10 g/10 minutos; o como alternativa, el copolímero de propileno/etileno puede tener un índice de fluidez en el intervalo de 0,2 a 10 g/10 minutos.

En una realización, el copolímero de propileno/etileno tiene una cristalinidad en el intervalo de al menos 1% en peso (un calor de fusión de al menos 2 J/g) a un 30% en peso (un calor de fusión de menos de 50 J/g). Todos los valores individuales y subintervalos desde 1% en peso (un calor de fusión de al menos 2 J/g) a 30% en peso (un calor de fusión de menos de 50 J/g) se incluyen y se dan a conocer en la presente memoria; por ejemplo, la cristalinidad puede ser desde un límite inferior de 1% en peso (un calor de fusión de al menos 2 J/g), 2,5% (un calor de fusión de al menos 4 J/g), o 3% (un calor de fusión de al menos 5 J/g) hasta un límite superior de 30% en peso (un calor de fusión de menos de 50 J/g), 24% (un calor de fusión de menos de 40 J/g), 15% en peso (un calor de fusión de menos de 24,8 J/g) o 7% en peso (un calor de fusión de menos de 11 J/g). Por ejemplo, el copolímero de propileno/etileno puede tener una cristalinidad en el intervalo de al menos 1% en peso (un calor de fusión de al menos 2 J/g) a 24% en peso (un calor de fusión de menos de 40 J/g); o como alternativa, el copolímero de propileno/etileno puede tener una cristalinidad en el intervalo de al menos 1% en peso (un calor de fusión de al menos 2 J/g) a 15% en peso (un calor de fusión de menos de 24,8 J/g); o como alternativa, el copolímero de propileno/etileno puede tener una cristalinidad en el intervalo de al menos 1% en peso (un calor de fusión de al menos 2 J/g) a 7% en peso (un calor de fusión de menos de 11 J/g); o como alternativa, el copolímero de propileno/etileno puede tener una cristalinidad en el intervalo de al menos 1% en peso (un calor de fusión de al menos 2 J/g) a 5% en peso (un calor de fusión de menos de 8,3 J/g).

La cristalinidad se mide mediante calorimetría de barrido diferencial (DSC en inglés). La DSC es una técnica común que puede usarse para examinar la fusión y cristalización de polímeros semicristalinos. Los principios generales de las medidas de DSC y las aplicaciones de DSC para estudiar polímeros semicristalinos se describen en textos estándares (por ejemplo, E. A. Turi, ed., "Thermal Characterization of Polymeric Materials", Academic Press, 1981). En una realización, el copolímero de propileno/etileno puede caracterizarse por una curva de DSC con una T_{me} que permanece esencialmente igual y una T_{máx} que se reduce a medida que aumenta la cantidad de comonomero insaturado en el copolímero. La T_{me} es la temperatura a la que termina la fusión. La T_{máx} es la temperatura máxima de fusión.

El análisis de calorimetría de barrido diferencial (DSC) se determina usando un modelo Q1000 DSC de TA Instruments, Inc. La calibración de la DSC se realiza como sigue. En primer lugar, se obtiene un valor de referencia procesando la DSC de -90 a 290°C sin muestra en la cubeta de aluminio de DSC. Se analizan entonces 7 mg de una muestra reciente de indio calentando la muestra a 180°C, enfriando la muestra a 140°C a una velocidad de enfriamiento de 10°C/min, seguido del mantenimiento de la muestra isotérmica a 140°C durante 1 minuto, seguido del calentamiento de la muestra de 140 a 180°C a una velocidad de calentamiento de 10°C/min. Se determinan el

calor de fusión y el inicio de la fusión de la muestra de indio y se comprueba que están a 0,5°C de 156,6°C para el inicio de la fusión y a 0,5 J/g de 28,71 J/g para el calor de fusión. Se analiza entonces agua desionizada enfriando una pequeña gota de muestra reciente en la cubeta de DSC de 25 a -30°C a una velocidad de enfriamiento de 10°C/min. Se mantiene la muestra isotérmica a -30°C durante 2 minutos y se calienta a 30°C a una velocidad de calentamiento de °C/min. Se determina el inicio de la fusión y se comprueba que está a 0,5°C de 0°C.

Se comprimen las muestras de polipropileno en una película fina a una temperatura de 190°C. Se pesan aproximadamente 5 a 8 mg de muestra y se disponen en la cubeta de DSC. Se pliega la tapa sobre la cubeta para asegurar una atmósfera cerrada. Se dispone la cubeta de muestra en la celda de DSC y se calienta a una alta velocidad de aproximadamente 100°C/min a una temperatura de aproximadamente 30°C por encima de la temperatura de fusión. Se mantiene la muestra a esta temperatura durante aproximadamente 3 minutos. Se enfría entonces la muestra a una velocidad de 10°C/min a -40°C, y se mantiene isotérmica a esa temperatura durante 3 minutos. Posteriormente, se calienta la muestra a una velocidad de 10°C/min hasta la fusión completa. Se analizan en las curvas de entalpía resultantes la temperatura máxima de fusión, las temperaturas de cristalización inicial y máxima, el calor de fusión y el calor de cristalización, T_{me} , y cualquier otro análisis de DSC de interés.

En una realización, el copolímero de propileno/etileno comprende unidades derivadas de propileno y unidades poliméricas derivadas de etileno y uno o más comonómeros de α -olefina. Los comonómeros ejemplares utilizados para fabricar el copolímero de propileno/etileno son etileno y α -olefinas C_4 - C_{10} ; por ejemplo, α -olefinas C_4 , C_6 y C_8 .

En una realización, el copolímero de propileno/etileno comprende de 1 a 40% en peso de etileno y uno o más comonómeros. Todos los valores individuales y subintervalos de 1 a 40% en peso se incluyen y se dan a conocer en la presente memoria; por ejemplo, el contenido de comonómeros puede ser desde un límite inferior de 1% en peso, 3% en peso, 4% en peso, 5% en peso, 7% en peso o 9% en peso a un límite superior de 40% en peso, 35% en peso, 30% en peso, 27% en peso, 20% en peso, 15% en peso, 12% en peso o 9% en peso. Por ejemplo, el copolímero de propileno/etileno comprende de 1 a 35% en peso de etileno y uno o más comonómeros de α -olefina; o como alternativa, el copolímero de propileno/etileno comprende de 1 a 30% en peso de etileno y uno o más comonómeros de α -olefina; o como alternativa, el copolímero de propileno/etileno comprende de 3 a 27% en peso de etileno y uno o más comonómeros de α -olefina; o como alternativa, el copolímero de propileno/etileno comprende de 3 a 20% en peso de etileno y uno o más comonómeros de α -olefina; o como alternativa, el copolímero de propileno/etileno comprende de 3 a 15% en peso de etileno y uno o más comonómeros de α -olefina.

En una realización, el copolímero de propileno-etileno tiene una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 3,5 o menos; como alternativa, de 3,0 o menos; o como otra alternativa, de 1,8 a 3,0. El copolímero de propileno-etileno puede tener también un espectro de RMN- ^{13}C que contiene picos correspondientes a un regioerror de aproximadamente 14,6 ppm y de aproximadamente 15,7 ppm, con picos de intensidad aproximadamente igual. El copolímero de etileno-propileno puede caracterizarse adicionalmente porque las secuencias de propileno son sustancialmente isotácticas, es decir, que tienen una triada isotáctica (mm) medida por RMN- ^{13}C de más de 0,85.

Se describen adicionalmente con detalle dichos copolímeros de propileno/etileno en las patentes de EE.UU. nº 6.960.635 y 6.525.157. Dichos copolímeros de propileno/etileno están comercialmente disponibles en Dow Chemical Company, con el nombre comercial VERSIFY™, o en ExxonMobil Chemical Company, con el nombre comercial VISTAMAXX™.

En una realización, el copolímero de propileno/etileno se caracteriza adicionalmente por comprender (A) entre 60 y menos de 100, o entre 80 y 99, o entre 85 y 99% en peso de unidades derivadas de propileno, y (B) entre más de 0 y 40, o entre 1 y 20, o entre 4 y 16, o entre 4 y 15% en peso de unidades derivadas de al menos uno de etileno y/o una α -olefina C_{4-10} ; y porque contiene una media de al menos 0,001, o una media de al menos 0,005, o una media de al menos 0,01 ramificaciones de cadena larga/1000 carbonos totales. El número máximo de ramificaciones de cadena larga en el copolímero de propileno/etileno no es crítico para la definición, pero típicamente no supera las 3 ramificaciones de cadena larga/1000 carbonos totales. El término ramificación de cadena larga, como se usa en la presente memoria, designa una longitud de cadena de al menos un (1) carbono más que una ramificación de cadena corta, y ramificación de cadena corta, como se usa en la presente memoria, designa una longitud de cadena de dos (2) carbonos menos que el número de carbonos del comonómero. Por ejemplo, un interpolímero de propileno/1-octeno tiene cadenas principales con ramificaciones de cadena larga de al menos siete (7) carbonos de longitud, pero estas cadenas principales tienen también ramificaciones de cadena corta de solo seis (6) carbonos de longitud. Dichos copolímeros de propileno/ α -olefina se describen adicionalmente con detalle en el documento US 2010285253.

Los copolímeros de propileno-etileno pueden exhibir también un intervalo de fusión relativamente amplio en la curva de calentamiento por DSC. En una realización, el copolímero de propileno-etileno empieza a fundirse a 50°C y continúa fundiéndose hasta al menos 128°C. Este amplio comportamiento de fusión no solo da como resultado temperaturas de iniciación del sellado más bajas para facilitar el sellado de películas y bolsas, sino que también dará como resultado películas y bolsas que tengan una estabilidad de sellado potenciada a las temperaturas encontradas típicamente en aplicaciones de esterilización, tales como de 120 a 130°C. El índice de fluidez para el copolímero de propileno-etileno es de 0,1 a 5 g/10 min, medido según la norma ASTM D-1238, condición L (2,16 kg, 230°C). Todos los valores individuales y subintervalos de 0,1 g/10 min a 5 g/10 min se incluyen y se dan a conocer en la presente

memoria. Por ejemplo, el índice de fluidez puede tener un límite inferior de 0,1 g/10 min o 0,2 g/10 min o 0,5 g/10 min y un límite superior de 3 g/10 min o 4 g/10 min o 5 g/10 min.

En una realización, el copolímero de propileno-etileno contiene un 5% en peso de unidades derivadas de etileno. El copolímero de propileno-etileno tiene una densidad de 0,887 g/cm³ y un índice de fluidez de 2,0 g/10 min (norma ASTM D-1238).

Composición de resina

La composición de resina resultante para uso como capa sellante tiene un MFR de 0,1 a 2,5 g/10 min (o cualquier valor individual o subintervalo entre ellos), o de 0,1 a 1,2 g/10 min, o de 0,3 a 0,9 g/10 min. La densidad de la composición de resina es de 0,885 a 0,905 g/cm³ (o cualquier valor individual o subintervalo entre ellos), o de aproximadamente 0,898 g/cm³. La composición de resina tiene una resistencia en estado fundido de 8 cN a 30 cN (o cualquier valor individual o subintervalo entre ellos), o de 12 cN a 25 cN. La composición de resina tiene también una estirabilidad de 15 mm/s a 50 mm/s (o cualquier valor individual o subintervalo entre ellos) o de 25 mm/s a 35 mm/s a 190°C. La composición de resina exhibe una procesabilidad deseable durante la etapa de conformación de película.

La “resistencia en estado fundido” y “estirabilidad en estado fundido” se miden tirando de hebras del polímero fundido o combinación a una aceleración constante hasta que ocurra la rotura. La instalación experimental consiste en un reómetro capilar y un dispositivo tensor Rheotens™, o un instrumento de medida de la tensión en estado fundido Rheotens™. Se estira la hebra fundida uniaxialmente con un conjunto de prensadores acelerantes localizados 100 mm por debajo del troquel. La fuerza necesaria para extender uniaxialmente las hebras se registra como función de la velocidad de tensado de los rodillos prensadores. En el caso de fusiones poliméricas que exhiban resonancia de estiramiento (indicada por el inicio de una oscilación periódica de amplitud creciente en el perfil de fuerzas medido), la fuerza y velocidad de giro máximas antes del inicio de la resonancia de estiramiento se toman como la resistencia en estado fundido y la estirabilidad, respectivamente. En ausencia de resonancia de estiramiento, la fuerza máxima conseguida durante el ensayo se define como la resistencia en estado fundido y la velocidad a la que ocurre la rotura se define como la estirabilidad en estado fundido. Se emplean las siguientes condiciones: caudal másico: 1,35 g/min. Temperatura: 190°C. Tiempo de equilibrado a 190°C: 10 minutos. Troquel: 20:1 con ángulo de entrada de aproximadamente 45°. Longitud capilar: 41,9 mm. Diámetro capilar: 2,1 mm. Diámetro de pistón: 9,54 mm. Velocidad de pistón: 0,423 mm/s. Velocidad de cizallamiento: 33,0 s⁻¹. Distancia de descenso (de la salida del troquel a las ruedas tensoras): 100 mm. Condiciones de enfriamiento: aire ambiental. Aceleración: 2,4 mm/s².

En una realización, la composición de resina tiene una fracción extraíble en n-hexano de menos de un 2,6% en peso medida a 50°C según el 21 CFR 177.1520(c)3.2a.

Pueden incorporarse aditivos conocidos a la composición de resina a condición de no comprometer los objetos de la divulgación. Los ejemplos no limitantes de dichos aditivos incluyen agentes nucleantes, antioxidantes, secuestrantes de ácido, termoestabilizadores, fotoestabilizadores, absorbentes de luz ultravioleta, lubricantes, agentes antiestáticos, pigmentos, tintes, agentes dispersantes, inhibidores, agentes neutralizantes, agentes espumantes, plastificantes, mejoradores de la fluencia, agentes antibloqueantes, aditivos de deslizamiento y mejoradores de la resistencia de soldadura.

Los aditivos anteriormente mencionados pueden emplearse en cualquier combinación y pueden estar contenidos en las composiciones poliméricas respectivas en cantidades de 0.0001 a 10% en peso (o cualquier valor individual o subintervalo entre ellos) o en una cantidad de 0,001 a 1,0% en peso.

La composición de resina puede comprender dos o más realizaciones como se dan a conocer en la presente memoria.

La composición de resina puede conformarse en una película. En una realización, la película es una película soplada. Como se usa en la presente memoria, “una película soplada” es una composición de resina que se extruye fundida a través de un troquel circular anular conformando un tubo. El tubo se expande con aire (por ejemplo, a dos o tres veces su diámetro inicial). Se aplica simultáneamente aire frío al tubo (interna y/o externamente) para enfriar el tubo expandido a un estado sólido. El grado de expansión y la velocidad de enfriamiento determinan las propiedades de película no limitantes, tales como resistencia a la tracción, resistencia a los impactos, orientación polimérica, cristalinidad, transparencia, brillo y grosor. El tubo expandido se retira de la zona de expansión mediante cualquier equipo de recogida adecuado.

El tubo de película puede entonces conformarse. En una realización, se colapsa el tubo de película en una configuración de rodillos en forma de V invertida y se presiona en el extremo del marco para atrapar el aire dentro de la burbuja. Los rodillos prensadores estiran también la película desde el troquel. La velocidad de estiramiento está controlada para equilibrar las propiedades físicas con las propiedades transversales conseguidas por la relación de soplado-estirado. El tubo puede doblarse como tal sobre uno o más rodillos. Como alternativa, el tubo de película puede cortarse y doblarse en forma de una capa de una película. El tubo de película puede procesarse también

directamente en bolsas. Si se desea, la composición de resina puede coextruirse con uno o más polímeros compatibles formando películas multicapa.

La película puede comprender dos o más realizaciones como se dan a conocer en la presente memoria.

5 Con respecto a los dibujos, e inicialmente a la FIG. 1, se muestra una forma de bolsa esterilizable de tipo almohada o plana según la divulgación, y se indica en general por el número de referencia 10. Como se usa en la presente memoria, una "bolsa esterilizable" es un envase flexible que puede permanecer hermético y sellado después de exposición a temperaturas de 120-135°C y presiones de hasta 500 kPa durante 30-80 minutos. La bolsa de tipo almohada 10 incluye dos láminas 12A y 12B de material laminado, unidas y selladas conjuntamente alrededor de sus respectivas periferias por un termosellado 14. El termosellado 14 puede extenderse a lo largo de toda la periferia común de las láminas 12A y 12B. Como alternativa, el termosellado 14 puede extenderse a lo largo de una porción de la periferia común de las láminas 12A y 12B. Se define un espacio de almacenamiento 16 como el área entre las dos láminas 12A y 12B y dentro del termosellado 14. El espacio de almacenamiento 16 está sellado del entorno circundante y contiene el contenido 18 de la bolsa, por ejemplo alimentos. Aunque el envase se describe que tiene dos láminas 12A y 12B, debe resultar fácilmente evidente para los especialistas en la materia que podría usarse una sola lámina. La lámina podría doblarse sobre sí misma formando dos capas. Los tres bordes no conectados se termosellarían entonces después de disponer el contenido entre las capas plegadas.

20 Con respecto ahora a la FIG. 2, se indica en general una forma de bolsa esterilizable de fuelle o vertical por el número de referencia 40. La bolsa de fuelle 40 incluye dos láminas de material laminado 42 y 43. Una lámina 42 se pliega conformando las láminas anterior y posterior 42A y 42B de la bolsa. Se unen las láminas y se sellan conjuntamente alrededor de sus bordes respectivos por un termosellado 44 por sus lados y parte superior, y los termosellados 45A y 45B en el fuelle inferior. Se define un espacio de almacenamiento 46 por el área entre las tres láminas 42A, 42B y 43 y dentro de los termosellados 44, 45A y 45B. El espacio de almacenamiento está sellado del entorno circundante y contiene el contenido 48 de la bolsa. Las láminas 42A, 42B y 43 pueden conformarse con cualquier forma adecuada deseada para contener el contenido de la bolsa.

25 En una realización, se alimentan dos tramas de material laminado a una máquina formadora de bolsas. Una trama principal conforma la lámina 42, y se pliega a la mitad a lo largo de un lado de la bolsa conformando la lámina anterior 42A y la lámina posterior 42B, que se alinean una sobre otra. Los bordes libres de las láminas 42A y 42B se termosellan conjuntamente por el termosellado 44 a lo largo del otro lado de la bolsa. Se alimenta la segunda trama por el lado de la máquina conformando la lámina de fuelle inferior 43, y se termosella con las láminas anterior y posterior 42A y 42B, conformando una bolsa abierta por arriba. La bolsa puede almacenarse ahora para relleno posterior, o puede ir directamente en línea de producción a la maquinaria de relleno. Después de disponer el contenido en la bolsa, se sellan conjuntamente los bordes superiores de las láminas anterior y posterior 42A y 42B por un termosellado final 44.

35 Aunque se describe que el envase tiene dos láminas 42 y 43, es posible poder usar tres láminas, conformándose la anterior 42A y posterior 42B a partir de tramas separadas de material, termoselladas conjuntamente a lo largo de ambos lados. Resultará también evidente que podría utilizarse una sola lámina. La lámina única podría plegarse sobre sí misma formando las tres láminas. El medio de la lámina única formaría el fuelle 43, y los extremos se unirían en la parte superior de la bolsa. Se termosellarían entonces el lado no conectado y los bordes superiores, sellándose al menos uno de ellos solo después de disponer el contenido entre las capas plegadas.

40 Las láminas 12A y 12B de la bolsa esterilizable de tipo almohada 10 y las láminas 42A, 42B y 43 de la bolsa vertical 40 pueden fabricarse a partir de una estructura laminada tricapa como se muestra en la FIG. 3. La capa externa 20 (o capa más externa 20), que es la más alejada del contenido del envase 18 o 48, está hecha de poliésteres, poliamidas y poliolefinas tales como polipropileno. En una realización, la capa externa 20 es un poliéster tal como poli(tereftalato de etileno). En una realización adicional, la capa externa 20 es una película de poli(tereftalato de etileno) de aproximadamente 5 a 20 µm de grosor (o cualquier valor individual o subintervalo entre ellos).

Inmediatamente adyacente a la capa externa 20 está una capa de barrera 22. La capa de barrera 22 puede tener un grosor de 5 a 25 µm (o cualquier valor individual o subintervalo entre ellos). Los materiales adecuados de construcción de una capa de barrera 22 incluyen nailon, poli(cloruro de vinilideno), EVOH, polietileno, polipropileno, lámina de aluminio o una película polimérica metalizada tal como nailon metalizado o lámina de poliéster metalizada.

50 Inmediatamente adyacente a la capa de barrera 22 está una capa sellante 24. La capa sellante 24 (o la capa más interna, o la capa en contacto con el contenido de la bolsa) está compuesta por la composición de resina. En una realización, la capa sellante 24 tiene un grosor de 25 a 110 µm. La capa sellante 24 puede ser una película soplada o una película soplada coextruida.

55 Todas las capas del envase esterilizable están unidas entre sí por un adhesivo, preferiblemente un adhesivo sin disolvente tal como un adhesivo epoxídico o de poliuretano. Pueden usarse adhesivos de poliuretano basados en dos componentes, un polioliol y un isocianato alifático. Ambos de estos componentes pueden estar basados en productos químicos que son de peso molecular suficientemente bajo para mezclarse y aplicarse a películas sin usar disolventes para dilución y aplicación, y son adecuados para el contacto con alimentos.

En una realización, la capa externa 20 y la capa de barrera 22 están unidas entre sí por una capa adhesiva 62, tal como LIOFOL™ UR3690 con el endurecedor UR6090, fabricados y comercializados por Henkel Adhesives, mezclados en pesos de aproximadamente 50:1, opcionalmente con un diluyente para proporcionar un contenido de sólidos de 25 a 50%, aplicado a un peso de recubrimiento de aproximadamente 3-5 g/m². El adhesivo puede aplicarse a la capa externa 20, y se pone entonces en contacto la capa de barrera 22 con la capa adhesiva, tal como mediante el uso de un rodillo prensador. Se une a continuación la capa sellante 24 con la capa de barrera 22 mediante el uso de una capa adhesiva adicional 64, que puede ser de LIOFOL™ UR 3640 mezclado con endurecedor UR6800, aplicada a un peso de recubrimiento también de 3-5 g/m². La capa adhesiva 64 se aplica a la superficie de la capa de barrera 22, que se lamina entonces con la capa sellante 24. Se cura entonces el laminado durante un periodo de hasta 10 días, opcionalmente mediante exposición a temperatura elevada. Las tres capas pueden unirse en una sola operación secuencial o, como alternativa, puede prepararse una película laminada inicial (capa externa más capa de barrera) y curarse antes de la laminación con la capa sellante. En una realización, la capa externa 20 es poli(tereftalato de etileno) y tiene un grosor de 12 µm, la capa de barrera 22 es lámina de aluminio y tiene un grosor de 12 µm y la capa sellante 24 es la composición de resina y tiene un grosor de 80 µm.

En una realización, la Figura 4 muestra una bolsa esterilizable 50 conformada a partir de una primera película soplada 51a y una segunda película soplada 51b opuesta con un termosellado 52 que se extiende a lo largo de la periferia común. El termosellado 52 puede extenderse a lo largo de toda la periferia común o a lo largo de una porción de la periferia común. Cada película soplada 51a y 51b tiene una estructura multicapa 53 como se muestra en la Figura 5. La estructura multicapa 53 incluye una primera capa (o una capa externa o capa más externa) 54, una segunda capa (o capa central) 56 y una tercera capa (o capa interna o capa más interna) 58. La tercera capa 58 es la capa en contacto con alimento. La bolsa esterilizable 50 está exenta de arrugas, o sustancialmente exenta de arrugas, después de la esterilización.

En una realización, la primera capa 54 y la tercera capa 58 están compuestas cada una por un copolímero de propileno-etileno. El copolímero de propileno-etileno puede ser cualquier copolímero de propileno-etileno dado a conocer en la presente memoria. La composición de la primera capa 54 y la composición de la tercera capa 58 pueden ser iguales o diferentes. La segunda capa 56 puede estar compuesta por el copolímero de propileno de impacto acoplado.

El grosor de la primera, segunda y tercera capas 54, 56 y 58 puede ser igual o diferente. En una realización, el grosor de la primera capa 54 es igual que el grosor de la tercera capa 58. En una realización adicional, la primera y tercera capas 54 y 58 tienen el mismo grosor y el grosor de la segunda capa 56 es al menos tres veces mayor que el grosor de la primera y tercera capas 54 y 58. Por ejemplo, la segunda capa 56 puede ser un 60% del grosor total T de la estructura multicapa 53, siendo la primera capa 54 y la tercera capa 58 cada una un 20% del grosor total T.

En una realización, la segunda capa 56 es una combinación del copolímero de propileno de impacto acoplado y el copolímero de propileno-etileno. Por ejemplo, la segunda capa 56 puede contener aproximadamente un 70% en peso de copolímero de propileno de impacto acoplado y aproximadamente un 30% en peso de copolímero de propileno-etileno.

En una realización, la primera capa 54 se coextruye con la segunda capa 56. La tercera capa 58 se coextruye con la segunda capa 56. La primera capa 54 y la tercera capa 58 están cada una en contacto íntimo y directo con la segunda capa 56. En otras palabras, no existen capas intermedias entre la primera capa 54 y la segunda capa 56. De forma similar, no existen capas intermedias entre la tercera capa 58 y la segunda capa 56.

En una realización, la película soplada 51a y/o la película soplada 51b, que tienen la estructura multicapa 53, pueden ser la capa sellante de las bolsas 10 y 40. En otras palabras, la estructura multicapa 53 puede servir como capa sellante multicapa en bolsas esterilizables laminadas.

Las bolsas esterilizables 10, 40 y 50 descritas anteriormente se diseñan para soportar una temperatura máxima aplicada en el intervalo de 120 a 135°C (o cualquier valor individual o subintervalos entre ellos) durante 30 a 90 minutos sin degradación significativa. En una realización, la resistencia de sellado después de esterilización de laminados de tres pliegues (de la forma PET/adhesivo/lámina/adhesivo/sellante de PP) es de al menos 40 N/15 mm, más deseablemente de al menos 45 N/15 mm para la bolsa 10 y/o la bolsa 40. Se entiende que el uso de sustratos o capas alternativos (por ejemplo, película de poliamida) en la estructura laminada puede actuar aumentando significativamente la resistencia a la tracción del laminado y proporcionar un impacto positivo significativo sobre la resistencia de sellado. Generalmente, es también deseable poder alcanzar estas resistencias de sellado usando temperaturas de barra calentadora de 240°C o menos, y tiempos de contacto de 1 s o menos.

Los solicitantes han descubierto sorprendentemente que la presencia del copolímero de propileno-etileno en la composición de resina reduce ventajosamente la temperatura de sellado y el tiempo de aplicación de sellado necesario para obtener la resistencia de sellado después de esterilización deseada sin afectar a la apariencia de la película. La composición de resina, cuando se conforma en una película/capa de sellado para una bolsa esterilizable, experimenta pocas o ninguna arruga después de esterilización como se muestra por los valores de rugosidad R_a de la Tabla 3 siguiente. En otras palabras, cuando la composición de resina se conforma en una película, está exenta de arrugas o sustancialmente exenta de arrugas después de esterilización. A una temperatura

de barra de sellado de 200°C y una presión de sellado de 275 kPa, una bolsa con una capa de sellado compuesta por la composición de resina tiene una resistencia de sellado mayor de 40 N/15 mm.

5 En una realización, el termosellado tiene una resistencia de sellado antes de esterilización mayor de aproximadamente 45 N/15 mm y una resistencia de sellado después de esterilización mayor de aproximadamente 38 N/15 mm.

La presencia de un copolímero de propileno-etileno en la capa de sellado compuesta por la composición de resina mejora también ventajosamente la resistencia a la caída de la bolsa refrigerada. La presente composición de resina, y las películas y bolsas preparadas a partir de ella, proporcionan una alternativa al polipropileno colado en aplicaciones de bolsa esterilizable.

10 La bolsa esterilizable puede comprender dos o más realizaciones como se da a conocer en la presente memoria.

Se entiende que la presente divulgación es operativa en ausencia de cualquier componente que no se haya dado a conocer específicamente y puede combinarse con cualquier otro componente, etapa o proceso adecuado en un sistema o diseño global. Los siguientes ejemplos se proporcionan para ilustrar adicionalmente la invención y no han de considerarse como limitantes.

15 **Ejemplos**

Ejemplo 1

20 Se fabrica un copolímero de propileno de impacto acoplado haciendo reaccionar C 104-01 con un agente de acoplamiento. C 104-01 es un copolímero de propileno de impacto medio, disponible en Dow Chemical Company. C 104-01 tiene una densidad de 0,900 g/cm³, un índice de fluidez de 1,2 g/10 min, de 3 a 12% en peso de unidades derivadas de etileno y un módulo de tracción de 1,15 MPa (según la norma ISO 527-2). El agente de acoplamiento es difeniloxobis(sulfonilazida) ("DPO-BSA"). El DPO-BSA es una fusión molecular con un 23,8% en peso de DPO-BSA como se expone en la Tabla 2 siguiente.

Tabla 2

DPO/BSA (difeniloxobis(sulfonilazida)): (N ₃ SO ₂) ₂ C ₆ H ₆				
Fusión molecular: 23,8% en peso de DPO/BSA				
Contenido de azufre en la fusión molecular: 0,238 x 0,1684 = 0,0400				
	Nº átomos	PM		% en peso en DPO/BSA
N	6	14	84	22,11%
S	2	32	64	16,84%
O	5	16	80	21,05%
C	12	12	144	37,89%
H	8	1	8	2,11%
			380	100,00%

25 C 104-01 tiene una fase continua homopolimérica de polipropileno con una fase elastomérica de copolímero de etileno-propileno dispersada en la misma. El copolímero de etileno-propileno incluye un 50% en peso de unidades monoméricas derivadas de etileno basado en el peso total del copolímero de etileno-propileno. C 104-01 tiene un 8,5% en peso de unidades derivadas de etileno (basado en el peso total del copolímero de impacto) y un 17% en peso de unidades derivadas de etileno, basado en el peso total del copolímero de etileno-propileno. C 104-01 se hace reaccionar con 225 ppm de DPO-BSA en un extrusor granulador que mezcla en estado fundido las partículas de polímero C 104-01 en polvo e introduce calor, causando que la DPO-BSA reaccione con el copolímero, creando un copolímero de propileno de impacto acoplado. Las temperaturas en el extrusor están típicamente en el intervalo de 170 a 280°C. El copolímero de propileno de impacto acoplado resultante (CIPC-1) tiene un índice de fluidez de 0,5 g/10 min y exhibe un módulo de tracción de al menos 551,6 kPa, o de 551,6 kPa a 1000 MPa (según la norma ASTM D882-02) y una resistencia de impacto por dardo de al menos 1575 g/mm (según la norma ASTM D1709 método A). La DPO-BSA se proporciona en forma de una fusión molecular, que es sustancialmente similar a la fusión molecular descrita en el ejemplo 12 de la patente de EE.UU. nº 6.776.924, con respecto a las enseñanzas referentes a formulaciones que contienen azida y a métodos para hacer reaccionar dichas formulaciones que contienen azida con polímeros básicos, produciendo copolímeros de impacto acoplados.

40 Se forma una composición de resina combinando en seco una CIPC-1 con 0,0% (comparación A*), 5,0% (resina 1) y 10,0% (resina 2) de VERSIFY™ 2000 Plastomer. VERSIFY™ 2000 Plastomer es un copolímero de propileno/etileno que tiene un MFR de 2,0 g/10 min y una densidad de 0,887 g/cm³, preparado sustancialmente según las enseñanzas de la patente de EE.UU. nº 6.960.635. Se combinan primero en tambor las resinas y se alimentan a una

línea de producción de película soplada convencional, tal como una línea de producción de película por coextrusión Reifenhauer tricapa equipada con dos extrusores de un husillo de 60 mm y uno de 80 mm. La velocidad de alimentación se ajusta de tal modo que se consiga un 80% del torque máximo.

5 Los extrusores se operan a 80 rpm. El perfil de temperaturas de entrada, tambor y externa en los tres extrusores es de 220°C, y las temperaturas de troquel se fijan a 230°C. La fusión polimérica sale del extrusor a una temperatura de aproximadamente 230-240°C, pasa a través de un troquel anular y se expande con aire comprimido en una burbuja dispuesta verticalmente. La burbuja resultante es estable para todas las resinas y se ajusta fácilmente en diámetro, de modo que la relación de soplado (la relación de la circunferencia de la burbuja a la circunferencia del troquel) es de aproximadamente 2:1, y se ajustan los prensadores de desprendimiento primarios para proporcionar un grosor de 10 80 µm. Después de enfriar, se corta la burbuja y se recoge la película en una bobina receptora.

Se preparan laminados multicapa adhiriendo películas de poli(tereftalato de etileno) (PET) (de 12 µm de grosor) a sustratos de lámina de aluminio (de 12 µm de grosor) usando adhesivo LIOFOL UR™ 3640 y endurecedor LIOFOL UR™ 6800 (disponible en Henkel Adhesives) a una relación de mezclado de 50:1, un contenido de sólidos del adhesivo diluido de un 35% y un peso de recubrimiento sobre la película de PET de 3,5 g/m². Se adhiere a la 15 superficie de la lámina de aluminio la película sellante de polipropileno usando adhesivo LIOFOL UR™ 3690 y endurecedor LIOFOL UR™ 6090 (disponible en Henkel Adhesives) a una relación de mezclado de 50:1, un contenido de sólidos del adhesivo diluido de un 35% y un peso de recubrimiento sobre la película de PET de 4,0 g/m². Se almacenan los laminados en condiciones de temperatura ambiente durante 24 horas y se curan entonces a 50°C durante 7 días.

20 Se preparan bolsas esterilizables a partir de las películas multicapa anteriores para encerrar diversos alimentos y simulantes alimentarios. Los laminados se convierten en bolsas selladas por tres lados usando una máquina fabricadora de bolsas Waterline equipada con barras de termosellado constantes, produciendo bolsas selladas por tres lados (16,0 x 15,5 cm) usando temperaturas de sellado lateral de 250°C y un tiempo de aplicación de 1 s. Se realizan tres sellados para conformar una bolsa pequeña, se añade una cantidad medida de alimento o simulante 25 alimentario y se realiza el sellado final para conformar una bolsa esterilizable. Se realiza el sellado final (superior) en una posición que asegure un espacio libre mínimo dentro de las bolsas.

El alimento o simulantes alimentarios usados son: agua (300 ml); agua y vinagre blanco y aceite de canola mezclados en proporción 1:1:1 (300 ml) y 200 ml de curry de carne (producido como mezcla bruta de carne de ternera picada, cebolla, aceite de canola y pasta de curry). Se calientan las bolsas rellenas en una FMC Retort Chamber (de una cesta) a 130°C durante 30 minutos. Después de esterilizar, se ensaya la apariencia general, 30 velocidades de transferencia de agua y oxígeno y resistencia de sellado de las bolsas rellenas.

Todos los laminados demuestran una excelente apariencia superficial, mostrando un picado insignificante, una percusión superficial reducida (rugosidad superficial) y buena resistencia al doblado y a la formación de ondulaciones, con pocas o ninguna marcas y arrugas de la cubeta de esterilización.

35 Se vacían las bolsas rellenas con agua o simulante alimentario, se limpian y se secan, y se ensaya en los sellados laterales la resistencia de sellado. Los resultados están contenidos en la Tabla 3.

Tabla 3

Simulante alimentario	Ninguno	Agua	Agua/aceite/vinagre	Carne con curry
Volumen de bolsa (ml)	Ninguno	300	300	200
Temperatura de esterilización (°C)	Ninguna	130	130	130
Tiempo de calentamiento para esterilización** (min)	Ninguno	30	30	30
Composición sellante	Resistencia de sellado antes de esterilización (N/15 mm)	Resistencia de sellado después de esterilización (N/15 mm)	Resistencia de sellado después de esterilización (N/15 mm)	Resistencia de sellado después de esterilización (N/15 mm)
Resina 1	45,2	41,7	39,5	41,5
Resina 2	54,7	44,5	45,3	42,5
Comparación A*	48,7	39,8	38,9	39,1
*Comparación, no ejemplo de la invención				
**El tiempo de calentamiento para esterilización excluye el periodo de iniciación y el enfriamiento.				

Los datos de rugosidad de las bolsas rellenas con agua se mide usando un perfilómetro Cotec-Altisurf 500, usando un método de ensayo del perfilómetro que no implica el contacto directo de un punzón con la superficie laminada. El método y equipo de ensayo se describen a continuación.

5 Se preparan las bolsas usando resina 1, resina 2, comparación A* y las dos películas sellantes esterilizables de PP comercialmente disponibles, comparación B* y comparación C*, con origen en Japón. Se rellenan las bolsas con 300 ml de agua corriente, se sellan y se esterilizan a 130°C durante 30 minutos. Se vacían las bolsas de sus contenidos, se secan cuidadosamente y se ensaya la rugosidad superficial R_a . Se miden los perfiles lineales en la dirección X para una distancia de 30 mm, muestreando cada 51 μm . Se miden 5 líneas por muestra a un espaciado de 2 mm en la dirección Y. Se muestra la rugosidad media numérica (R_a) de este ensayo en la Tabla 3. Se aplican filtros gaussianos de 0,8 mm y 2,5 mm a los datos para eliminar el ruido. Se muestran los datos de rugosidad R_a para cada muestra usando ambos filtros de 0,8 mm y 2,5 mm.

Tabla 4

Composición sellante	R_a media en el perfil de rugosidad con filtro gaussiano aplicado (0,8 mm)	Desviación estándar	R_a media en el perfil de rugosidad con filtro gaussiano aplicado (2,5 mm)	Desviación estándar
Resina 1	0,190	0,020	0,450	0,100
Resina 2	0,210	0,040	0,420	0,070
Comparación A*	0,180	0,010	0,480	0,070
Comparación B*	0,280	0,020	0,580	0,070
Comparación C*	0,360	0,060	0,710	0,100

15 Los datos muestran que las bolsas basadas en resina 1 y resina 2 tenían menores niveles de rugosidad en comparación con los sellantes comercialmente disponibles comparación B* y comparación C*. Estos datos de rugosidad ensayados en bolsas después de 130°C de esterilización son consistentes con la comparación visual de las bolsas.

20 Los resultados anteriores indican generalmente resistencias de sellado después de esterilización mejoradas para las películas basadas en combinaciones de resina de polipropileno modificadas reológicamente que contienen elastómero, manteniendo buenas propiedades de formación de película y apariencia de bolsa después de esterilización.

Ejemplo 2

25 Se proporciona una capa sellante que tiene una estructura multicapa. Las películas sellantes se producen mediante coextrusión incorporando resinas VERSIFY™ 2000 Plastomer y CIPC-1 a estructuras de película soplada coextruida multicapa. Las estructuras multicapa pueden tener las siguientes formas: A/B/A, B/B/A o B/A/A. Cuando la estructura incluye múltiples capas A, el grosor de las capas A puede ser igual o diferente. De forma similar, cuando la estructura incluye múltiples capas B, el grosor de las capas B puede ser igual o diferente. La composición de la capa A y la composición de la capa B se proporcionan a continuación.

30 Capa A VERSIFY™ 2000 Plastomer
 Capa B CIPC-1 o
 70% de CIPC-1+ 30% de VERSIFY™ 2000 Plastomer

35 Se muestran en Tabla 5 dos ejemplos de estructuras de película soplada coextruida A/B/A. Ambos ejemplos proporcionan una alta resistencia a la temperatura de esterilización y un excelente procesamiento de película soplada mediante el uso de una capa central de CIPC-1 de alta resistencia en estado fundido y alta resistencia térmica. La capa sellante de VERSIFY™ 2000 Plastomer proporciona propiedades de sellado a baja temperatura. El uso de coextrusión posibilita la producción de una película que tiene un excelente equilibrio de resistencia térmica durante el proceso de esterilización.

Tabla 5

Ejemplo coextruido	Capa A , 20% del grosor de película	Capa B, 60% del grosor de película	Capa A, 20% del grosor de película
10	VERSIFY™ 2000 Plastomer	CIPC-1	VERSIFY™ 2000 Plastomer
11	VERSIFY™ 2000 Plastomer	VERSIFY™ 2000 Plastomer	VERSIFY™ 2000 Plastomer

Las resinas VERSIFY™ 2000 Plastomer y CIPC-1 se alimentan a extrusores separados y/o se combinan conjuntamente en una o más capas y se procesan en una película mediante una línea de producción de película

5 soplada tricapa convencional, tal como una línea de producción de película por coextrusión de Reifenhauer tricapa equipada con dos extrusores de un husillo de 60 mm y uno de 80 mm. Se ajusta la velocidad de alimentación para modificar cada salida del extrusor y conseguir la relación de capa deseada, en este caso, una relación de grosor de 20%:60%:20% para la estructura de capas A/B/A. El perfil de temperatura de entrada, tambor y salida en los tres extrusores es de 220°C, y las temperaturas de troquel se fijan a 230°C. La fusión polimérica sale del extrusor a una temperatura de aproximadamente 230-240°C, pasa a través de un troquel anular y se expande con aire comprimido a una burbuja dispuesta verticalmente. La burbuja resultante es estable para todas las resinas y se ajusta fácilmente en diámetro, de modo que la relación de soplado (la relación de la circunferencia de la burbuja a la circunferencia del troquel) es de aproximadamente 2:1, y se ajustan los prensadores de desprendimiento primarios para proporcionar un grosor de 80 µm. Después de enfriar, se corta la burbuja y se recoge la película en una bobina receptora.

10 La película soplada coextruida A/B/A es simétrica y proporciona un equilibrio de módulo para cada una de las capas, y habitualmente da como resultado una película plana que se lamina fácilmente en procesos posteriores. Pueden usarse también estructuras de película asimétricas, tales como B/B/A o B/A/A, como capa sellante si se desea.

15 Se preparan bolsas esterilizables con una capa sellante multicapa como capa única usando las películas sopladas coextruidas descritas anteriormente, sin laminación con otros sustratos. Se cortan las películas a láminas de dimensiones 200 mm x 150 mm en la dirección de la máquina y se termosellan usando un IDM Hot Tack Tester equipado con barras termosellantes constantes planas de 250 mm x 5 mm fijadas a las temperaturas mostradas en la Tabla 5. Se realizan 3 sellados para conformar una bolsa pequeña, se vierten 300 ml de agua en la bolsa y se realiza el sellado final para conformar una bolsa. Se realiza el sellado superior en una posición que asegure un espacio libre mínimo. Se calientan las bolsas rellenas en una FMC Retort Chamber (de una cesta) a 122 o 130°C durante un tiempo de calentamiento de 30 minutos. Después de esterilizar, se vacían las bolsas rellenas, se secan, se ensaya la resistencia de sellado después de esterilización, y se notifican los resultados en la Tabla 6.

Tabla 6

Temperatura de la barra de sellado (°C)	Tiempo de aplicación (s)	Presión de sellado (kPa)	Resistencia de sellado antes de esterilización del ejemplo 10 (N/15 mm)	Resistencia de sellado después de esterilización a 122°C del ejemplo 10 (N/15 mm)	Resistencia de sellado antes de esterilización del ejemplo 11 (N/15 mm)	Resistencia de sellado después de esterilización a 122°C del ejemplo 11 (N/15 mm)	Resistencia de sellado después de esterilización a 130°C del ejemplo 11 (N/15 mm)
120	0,2	275	Na	Na	Na	Na	Na
120	0,3	275	24,5	25,0	26,2	25,0	28,4
120	0,4	275	23,5	26,5	25,2	26,5	29,4
120	0,5	275	25,6	25,2	26,7	25,2	26,5
130	0,2	275	Na	Na	Na	Na	Na
130	0,3	275	25,6	25,6	27,0	25,6	27,1
130	0,4	275	25,1	27,4	26,9	27,4	27,9
130	0,5	275	25,9	27,0	26,8	27,0	28,4
140	0,2	275	25,5	27,7	21,4	27,7	27,6
140	0,3	275	23,5	28,0	24,0	28,0	29,0
140	0,4	275	23,7	28,0	24,6	28,0	29,5
140	0,5	275	24,8	28,4	24,7	28,4	27,3
150	0,2	275	24,0	23,5	26,1	23,5	26,8
150	0,3	275	27,2	26,6	25,0	26,6	27,9
150	0,4	275	27,4	30,0	24,1	30,0	25,2
150	0,5	275	26,9	27,6	24,3	27,6	25,5

N/a, las muestras no se analizaron porque los sellados estaban incompletos, y las películas no pudieron formar una bolsa en las condiciones de sellado.

5 Las películas de los ejemplos 10 y 11 soportan el proceso de esterilización incluso en estado no laminado, con una excelente apariencia de bolsa después de esterilización, sin deformación ni arrugas significativas. En otras palabras, las películas de los ejemplos 10 y 11 forman bolsas exentas de arrugas y exentas de deformación después de esterilización. Esto ilustra que la presencia de resina CIPC-1 en la capa central actúa manteniendo la resistencia térmica de las bolsas a lo largo del proceso de calentamiento. Los datos de resistencia de sellado demuestran que las películas de los ejemplos 10 y 11 proporcionan un excelente rendimiento de sellado a baja temperatura, así como una retención de la resistencia de sellado después de esterilización.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de resina que comprende:
 - A. de 80 a 98% en peso de un copolímero de propileno de impacto acoplado que comprende
 - (1) de 77 a 98% en peso de un homopolímero de polipropileno como fase continua; y
 - 5 (2) de 2 a 23% en peso de un interpolímero de etileno- α -olefina como fase elastomérica dispersada en la fase continua; y
 - B. de 2 a 20% en peso de un copolímero de propileno-etileno que tiene de 3 a 10% en peso de unidades derivadas de etileno, y en la que la composición de resina tiene un índice de fluidez de 0,1 g/10 minutos a 2,5 g/10 minutos, medido según la norma ASTM D1238 condición L, 2,16 kg, 230°C.
- 10 2. La composición de resina de la reivindicación 1, en la que el copolímero de propileno de impacto acoplado comprende (1) de 80 a 97% en peso de homopolímero de polipropileno como fase continua, y (2) de 3 a 20% en peso de caucho de etileno-propileno como fase elastomérica dispersada en la fase continua.
3. La composición de resina de la reivindicación 2, en la que el caucho de etileno-propileno comprende de 30 a 70% en peso de unidades derivadas de etileno.
- 15 4. La composición de resina de la reivindicación 1, que tiene una densidad de 0,885 g/cm³ a 0,905 g/cm³ (norma ASTM D-1238).
5. La composición de resina de la reivindicación 1, que comprende un agente de acoplamiento seleccionado del grupo consistente en fosfazenazidas, sulfonilazidas y formilazidas.
6. La composición de resina de la reivindicación 1, que comprende 4,4'-difeniloxobis(sulfonil)azida.
- 20 7. La composición de resina de la reivindicación 1 que tiene una resistencia en estado fundido de 8 cN a 30 cN.
8. La composición de resina de la reivindicación 1, que tiene una estirabilidad de 15 mm/s a 50 mm/s.
9. Una película que comprende la composición de resina según la reivindicación 1.
10. Una bolsa esterilizable que comprende:
 - 25 una primera lámina y una segunda lámina opuesta, comprendiendo cada lámina una capa externa que comprende un poliéster,
 - una capa sellante que comprende la composición de resina según la reivindicación 1 y
 - una capa de barrera localizada entre la capa externa y la capa sellante.
11. La bolsa esterilizable de la reivindicación 10, que comprende un termosellado a lo largo de la periferia común de la primera lámina y la segunda lámina.
12. La bolsa esterilizable de la reivindicación 10, que comprende una primera capa adhesiva localizada entre la capa externa y la capa de barrera, y una segunda capa adhesiva localizada entre la capa de barrera y la capa sellante.
- 35 13. La bolsa esterilizable de la reivindicación 10, en la que la capa de barrera se selecciona del grupo consistente en nailon, poli(cloruro de vinilideno), etileno-alcohol vinílico, polietileno, polipropileno, lámina de aluminio, nailon metalizado y poliéster metalizado.
14. La bolsa esterilizable de la reivindicación 10, en la que el termosellado tiene una resistencia de sellado antes de esterilización mayor de aproximadamente 45 N/15 mm y una resistencia de sellado después de esterilización mayor de aproximadamente 38 N/15 mm.
- 40 15. La bolsa esterilizable de la reivindicación 10, en la que la capa externa es poli(tereftalato de etileno) y la capa de barrera es lámina de aluminio.

FIG. 1

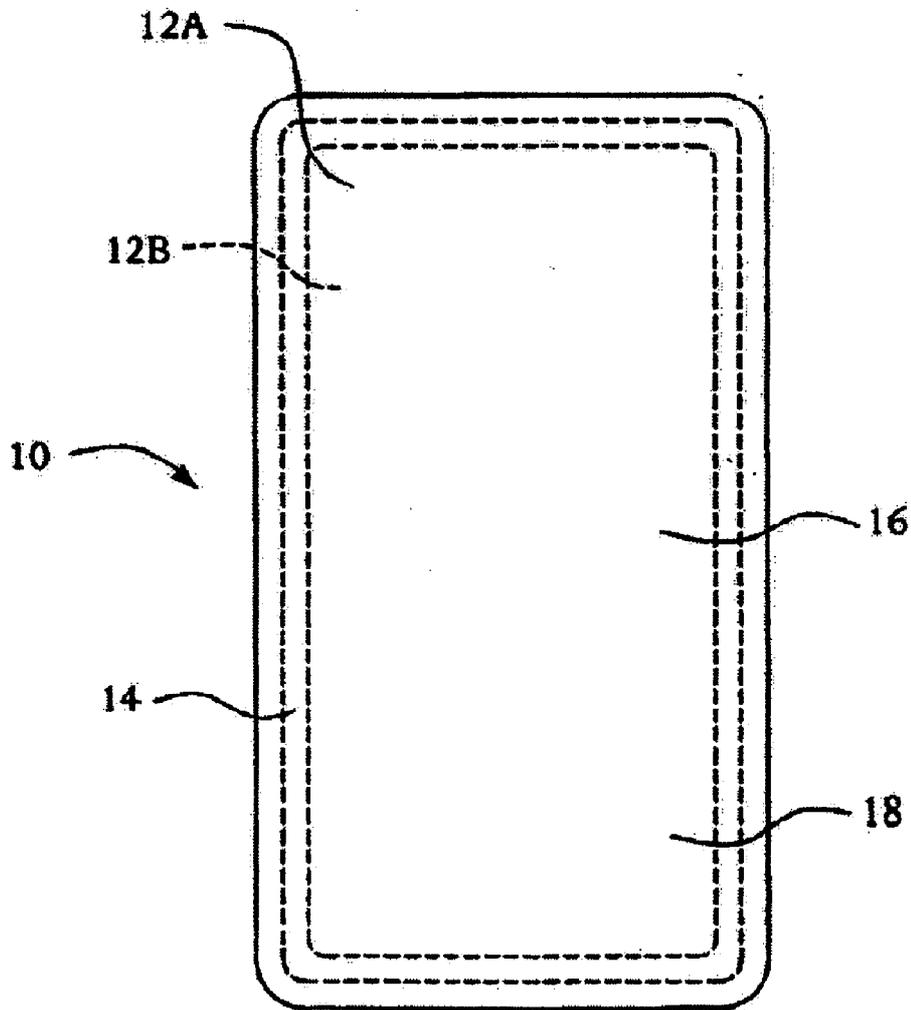


FIG. 2

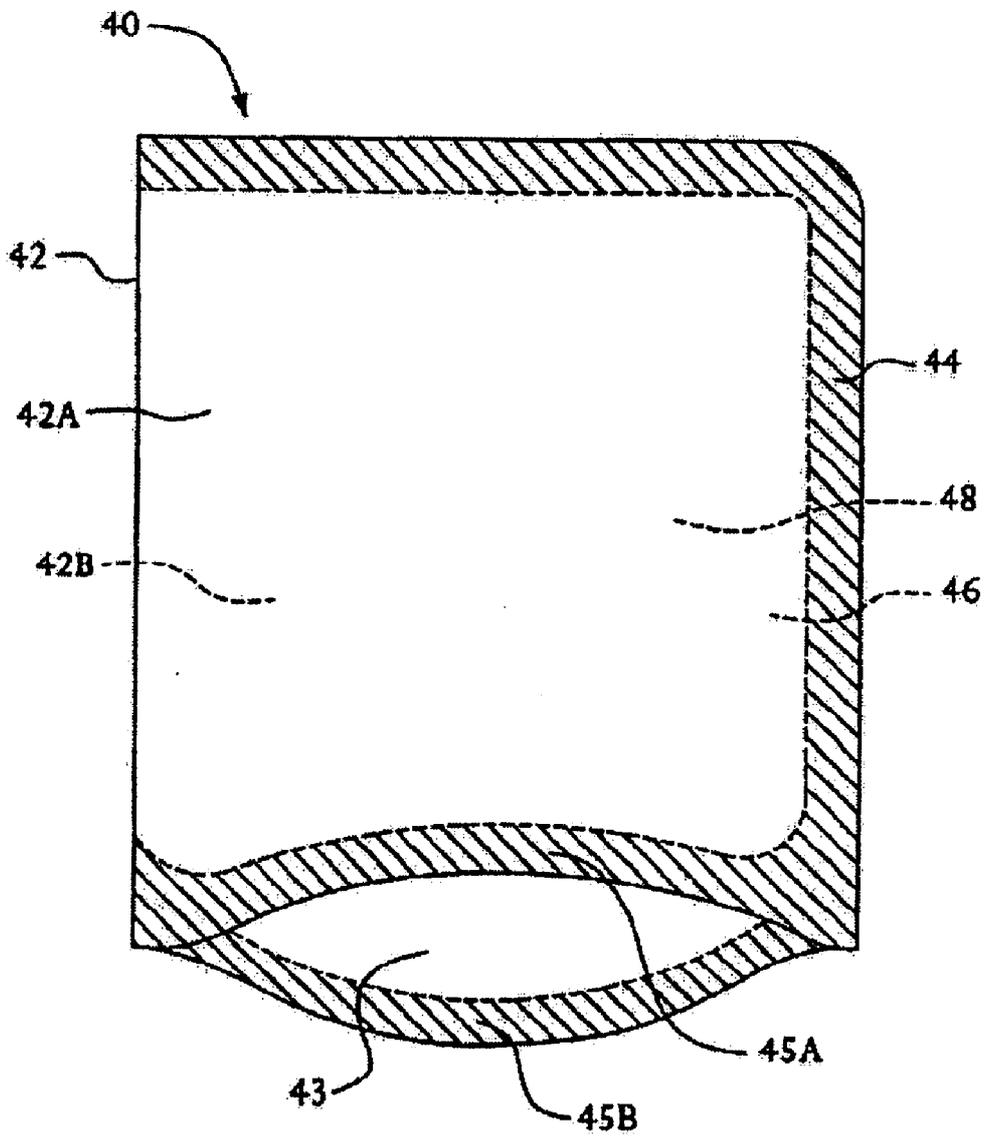


FIG. 3

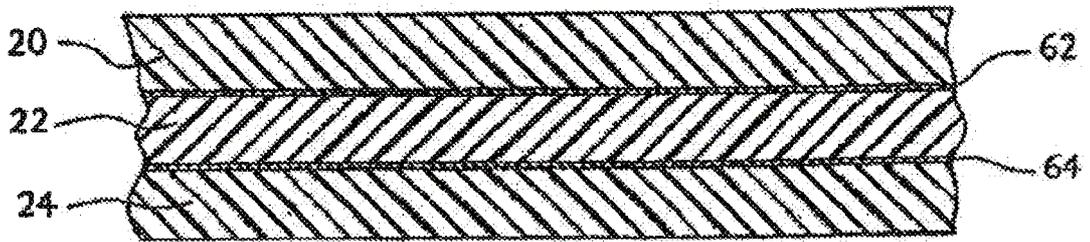


FIG. 4

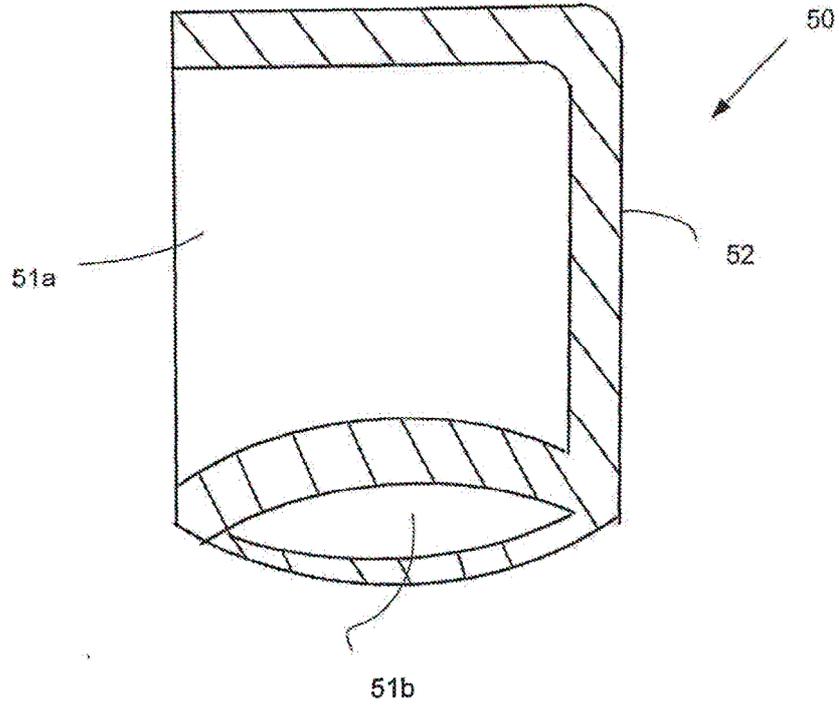


FIG. 5

