



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 306 249**

51 Int. Cl.:
C09D 123/26 (2006.01)
C09D 103/02 (2006.01)
C09D 103/04 (2006.01)
C08J 5/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **05810052 .0**
86 Fecha de presentación : **29.11.2005**
87 Número de publicación de la solicitud: **1824937**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **29.08.2007**

54 Título: **Composición para producir una capa barrera sobre un material de envasado laminado.**

30 Prioridad: **17.12.2004 EP 04106674**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.11.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.11.2008

73 Titular/es: **Akzo Nobel N.V.**
Postbus 9300
6800 SB Arnhem, NL

72 Inventor/es: **Greenwood, Peter y**
Lagnemo, Hans

74 Agente: **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).

DESCRIPCIÓN

Composición para producir una capa barrera sobre un material de envasado laminado.

5 La presente invención se refiere a una composición de barrera que comprende una dispersión, emulsión o solución de un polímero, almidón o derivado de almidón; partículas de sílice y un agente de curado capaz de reticular dicho polímero, almidón o derivado de almidón, y acoplar dichas partículas de sílice al mismo. La invención también se refiere a una capa barrera que se puede obtener a partir de dicha composición de barrera y a un método para proporcionar dichas composición y capa. La invención también se refiere a un material de envasado laminado que comprende
10 una capa sustrato y una capa barrera formada a partir de una composición de barrera sobre al menos un lado de dicha capa sustrato. La invención también se refiere a su uso, entre otros, para proporcionar un recipiente de envasado, una película barrera, etc.

15 En la industria del envasado, se conoce bien el uso de materiales de envasado laminados de naturaleza desechable, de un solo uso, para el envasado y el transporte de alimentos secos o líquidos. Normalmente, dicho material de envasado laminado se forma a partir de una capa sustrato configuracionalmente rígida pero que se puede doblar, que consiste, por ejemplo, en papel o cartón, con el fin de obtener una buena estabilidad configuracional mecánica. Los revestimientos de plástico estancos para líquidos se disponen en ambas caras de la capa sustrato y protegen eficazmente a las fibras que absorben líquidos de la capa sustrato frente a la penetración de humedad. Estas capas externas
20 normalmente consisten en un termoplástico, preferiblemente polietileno, que además imparte al material de envasado propiedades de termosellado superiores, de modo que el material de envasado se puede convertir en envases acabados de la configuración geométrica deseada. Sin embargo, el material de envasado laminado que consiste sólo en papel o cartón y plástico estanco a los líquidos, carece de estanqueidad frente a gases, en particular frente al oxígeno gaseoso. Esta es una desventaja importante en el envasado de muchos alimentos cuya vida en anaquel disminuye espectacularmente cuando entran en contacto con oxígeno gaseoso, por ejemplo, los zumos de fruta. Con el fin de complementar el material de envasado con una barrera contra gases, en particular contra oxígeno gaseoso, pertenece a la tecnología de la técnica anterior disponer una capa que tiene una estanqueidad superior frente al oxígeno gaseoso, por ejemplo, lámina de aluminio o poli(alcohol vinílico), sobre el lado de la capa sustrato que se pretende que esté hacia el interior del envase. En comparación con la lámina de aluminio, el poli(alcohol vinílico) tiene muchas propiedades deseables,
30 y por esta razón se prefiere como material barrera en muchos contextos. Entre otras cosas, el poli(alcohol vinílico) tiene una resistencia mecánica mayor, mejor compatibilidad con los alimentos, y es más económico, a la vez que tiene excelentes propiedades como una barrera para el oxígeno gaseoso. Además, se ha considerado como un material adecuado, en algunos casos desde el punto de vista medioambiental o en vistas al reciclado y recuperación, para sustituir a la lámina de aluminio como material barrera en envases para alimentos.

35 El documento WO03/031720 describe un material de envasado en el que se preparaba un material barrera mezclando partículas de sílice coloidal y poli(alcohol vinílico) en una película. El revestimiento depositado posteriormente se trataba con calor a 150°C y se curaba a 200°C. Sin embargo, el tratamiento térmico de la película de revestimiento que se forma da como resultado una barrera para el oxígeno insuficiente. El curado a una temperatura elevada de 200°C puede dar como resultado el deterioro de las propiedades físicas del sustrato. Por lo tanto, en la técnica se necesita proporcionar un material que supere los inconvenientes de la lámina de aluminio como barrera para el oxígeno, a la vez que proporcione una barrera para el oxígeno satisfactoria. La presente invención pretende proporcionar una capa barrera capaz de prevenir la difusión o penetración de materiales tales como gases, líquidos y sólidos a través de la capa barrera. Dicho material puede ser, p. ej., agua en estado líquido o gaseoso, oxígeno o cualquier tipo de
45 componente en los alimentos envasados en envases que comprendan dicha capa barrera. En particular, un objetivo en la presente invención es proporcionar mejor resistencia al agua y menor transmisión de oxígeno a través de la capa barrera.

Otro problema que se encuentra habitualmente en la técnica anterior es el aspecto medioambiental de los productos
50 químicos usados para producir un material de envasado para productos alimentarios. Dichos productos químicos han demostrado muchas veces ser inadecuados. Por lo tanto, es necesario proporcionar un método que de un producto final sin ninguna sustancia dañina o productos químicos incorporados en la misma, que puedan ser perjudiciales o incluso tóxicos para el contenido del envase producido. Otro objetivo de la invención es proporcionar un método que no requiera tratamiento térmico de la capa barrera que se forma, el cual puede ser desastroso para la estructura de la misma. Otro objetivo más de la invención es proporcionar un método sencillo y barato que proporcione todavía un
55 revestimiento barrera satisfactorio.

La presente invención pretende resolver los inconvenientes de la técnica anterior.

60 La presente invención se refiere a un método para producir una composición acuosa barrera que comprende mezclar partículas de sílice coloidal; un polímero, almidón o derivados de almidón; y un agente de curado en una dispersión, en el que el agente de curado es capaz de reticular dicho polímero, almidón o derivado de almidón y acoplar dichas partículas de sílice a dicho polímero, almidón o derivado de almidón.

65 En este contexto, el término “acoplar” indica que las partículas de sílice se ligan, unen o conectan al polímero o polímero reticulado, almidón o derivados de almidón, de modo que la transmisión de líquidos, sólidos o gases se reduce más a tenor de un polímero reticulado solo que comprende una red de cadenas de polímero que se han reticulado.

ES 2 306 249 T3

El método se puede realizar a temperatura ambiente o a una temperatura elevada. Sin embargo, preferiblemente, la temperatura es de aproximadamente 0 a aproximadamente 150, más preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 120, incluso más preferiblemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 100, y lo más preferiblemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 60°C.

5

De acuerdo con una realización, después de la adición del agente de curado a los otros componentes, la temperatura está en el intervalo de aproximadamente 0 a aproximadamente 160, tal como de aproximadamente 50 a aproximadamente 140, o de aproximadamente 80 a aproximadamente 130, o de aproximadamente 90 a aproximadamente 120°C. De acuerdo con una realización, la reacción de los componentes se lleva a cabo de aproximadamente 30 segundos a aproximadamente 1 h, tal como de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 15 minutos, o de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 10 minutos, o 1 minuto a aproximadamente 5 minutos. Sin embargo, el tiempo necesario para llevar a cabo la reacción varía dependiendo de la elección de los componentes usados, p. ej., que agentes de curado se usan y la o las temperaturas a las que se lleva a cabo la reacción.

15

Las partículas de sílice coloidal se dispersan preferiblemente en agua o mezcla de agua y disolventes orgánicos, tales como alcoholes inferiores, pero preferiblemente solo en agua. El pH de la dispersión acuosa es adecuadamente de aproximadamente 1 a aproximadamente 12, preferiblemente de aproximadamente 2 a aproximadamente 11, y lo más preferiblemente de aproximadamente 7 a aproximadamente 11. El contenido de sílice en las dispersiones está adecuadamente en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 70, preferiblemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 50% en peso. Las partículas de sílice son preferiblemente aniónicas y se dispersan en presencia de cationes estabilizantes tales como K^+ , Na^+ , Li^+ , NH_4^+ , aminas tales como aminas cuaternarias, o similares o mezclas de los mismos. Las partículas de sílice, dispersas en agua o disolvente, también pueden estar en forma modificada de aluminato, como describe el Dr. Ralph Iler en "The Chemistry of Silica", 1979, páginas 407-409.

20

25

La superficie específica de las partículas de sílice es adecuadamente de aproximadamente 20 a aproximadamente 1000, preferiblemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 750, más preferiblemente de aproximadamente 50 a aproximadamente 500, incluso más preferiblemente de aproximadamente 70 a aproximadamente 400, y lo más preferiblemente de aproximadamente 120 a aproximadamente 300 m²/g. La distribución del tamaño de las partículas de sílice está adecuadamente en el intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 200, preferiblemente de aproximadamente 3 a aproximadamente 100, incluso más preferiblemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 60, incluso más preferiblemente de aproximadamente 7 a aproximadamente 40, y lo más preferiblemente de aproximadamente 9 a aproximadamente 23 nm.

30

35

Las partículas de sílice tienen adecuadamente una distribución del tamaño de partículas ancha y una desviación típica relativa de la distribución del tamaño de partículas de al menos aproximadamente 30%, preferiblemente al menos aproximadamente 40%, y lo más preferiblemente al menos aproximadamente 50% en número.

40

La desviación típica relativa de la distribución del tamaño de partículas corresponde a la relación entre la desviación típica de la distribución del tamaño de partículas y el tamaño medio de partículas en número. El "coeficiente de variación" es un término sinónimo a "desviación típica relativa". La desviación típica relativa de la distribución del tamaño de partículas se mide usando el método de dispersión de la luz dinámico. Por tamaño de partículas se entiende el diámetro de partícula de las partículas de sílice.

45

Preferiblemente, las partículas de sílice se añaden en una cantidad de aproximadamente 10 a aproximadamente 80, más preferiblemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 70, incluso más preferiblemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 70, y lo más preferiblemente de aproximadamente 45 a aproximadamente 60% en peso de basado en el peso seco total de los componentes mezclados.

50

El polímero se basa adecuadamente en un polímero que tiene grupos funcionales hidroxilo o carboxilo. Sin embargo, se pueden usar otros grupos funcionales adecuados. El polímero se selecciona de forma adecuada del grupo que consiste en copolímero de etileno y ácido acrílico, copolímero de etileno-metacrílico, copolímero de etileno-acetato de vinilo, poli(alcohol vinílico), copolímero de etileno-alcohol vinílico, copolímero de etileno modificado, copolímeros de estireno y combinaciones de los mismos. Sin embargo, también se pueden usar muchos otros polímeros que se pueden dispersar o emulsionar en una solución y que preferiblemente, por sí mismos, después de su curado proporcionan propiedades de barrera.

55

60

Otros polímeros adecuados incluyen poli(alcoholes vinílicos) modificados, policarboxilatos, polietilenglicoles, polipropilenglicoles, polivinilpirrolidonas, polialilaminas, poli(ácidos acrílicos), poliamidaminas poliacrilamidas, polipirroles, proteínas tales como caseína, proteínas de soja, proteínas sintéticas, polisacáridos tales como derivados de celulosa incluyendo metilcelulosas, etilcelulosas, hidroxietilcelulosas, etilhidroxietilcelulosas, etilhidroxietilcelulosas o carboximetilcelulosas, y almidones o almidones modificados; chitosán, gomas de polisacáridos, tales como p. ej. gomas de guar, gomas arábicas, gomas de xantano y gomas alámicas y mezclas o híbridos de los mismos. Otros polímeros incluyen redes que pueden ser redes sintéticas y/o naturales basadas en emulsiones de resinas y/o polímeros de diferentes tipos, entre otros de acrilato-látex u otras redes que se pueden emulsionar o dispersar en una solución acuosa, así como polímeros de estireno-butadieno, polímeros de butadieno, polímeros de poliisopreno, polímeros de butilo, polímeros de nitrilo, homopolímeros de acetato de vinilo, polímeros acrílicos tales como copolímeros vinilacrilícos o polímeros de estireno-acrílico, poliuretanos, polímeros epoxídicos, polímeros celulósicos; p. ej. microcelulosa, resinas de melamina, polímeros de neopreno, polímeros basados en fenol, polímeros de poliamida, polímeros de po-

65

ES 2 306 249 T3

liéster, polímeros de poliéter, polímeros de poliolefina, polímeros de polivinil-butiral, siliconas tales como cauchos de silicona y polímeros de silicona (p. ej. aceites de silicona), polímeros de urea-formaldehído, polímeros de vinilo o mezclas o híbridos de los mismos.

5 Preferiblemente, el polímero, almidón o derivado de almidón se añade en una cantidad de aproximadamente 20 a aproximadamente 90, más preferiblemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 80, incluso más preferiblemente de aproximadamente 30 a aproximadamente 70, y lo más preferiblemente de aproximadamente 40 a aproximadamente 55% en peso basado en el peso seco total de los componentes mezclados.

10 El agente de curado se puede seleccionar del grupo de agentes capaz de reticular polímeros de acuerdo con la presente invención, y acoplar partículas de sílice de modo que dichas partículas de sílice estén unidas a los polímeros. Dicha formación puede proporcionar una red reticulada de polímeros o cadenas de polímeros y partículas de sílice que pueden reducir la transmisión de líquidos y gases a través del revestimiento barrera.

15 Los agentes de curado adecuados incluyen resinas de poliamidoamida tales como, entre otras, Kymene 625, Kenores 220, compuestos de circonio solubles en agua tales como sales de circonio, tales como nitrato de circonio, carbonato de circonio y potasio, carbonato de amonio y circonio; ácidos sulfónicos tales como ácido metil-sulfónico, ácido dodecilbencenosulfónico. Sin embargo, también se pueden usar otros agentes de curado que incluyen otros ácidos sulfónicos o sales, así como ácidos fuertes tales como, p. ej., ácidos minerales, p. ej., ácido sulfúrico, 20 ácido fosforoso o ácido clorhídrico, ácido nítrico y sus mezclas, que también se pueden usar siempre que reticulen los polímeros y puedan acoplar partículas de sílice.

El agente de curado se añade preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 20, más preferiblemente de aproximadamente 0,02 a aproximadamente 10, incluso más preferiblemente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 5, y lo más preferiblemente de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 2% en peso 25 basado en el peso total de los componentes mezclados.

Adecuadamente, se puede usar un agente de dispersión o emulsionante en cantidad adecuada, si es necesario emulsionar o dispersar un polímero, almidón o derivado de almidón para hacer la composición acuosa de barrera más homogénea. Dicha cantidad puede ser de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 2, preferiblemente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1% en peso basado en el peso seco total de los componentes mezclados. 30

La invención también se refiere a una composición acuosa de barrera que se puede obtener a partir del método descrito en esta memoria. La invención también se refiere a una composición de barrera que comprende una composición acuosa de partículas de sílice; al menos un polímero, almidón o un derivado de almidón; y un agente de curado capaz 35 de reticular dicho polímero, almidón o derivado de almidón y acoplar dichas partículas de sílice al polímero, almidón o derivado de almidón.

La selección de las partículas de sílice coloidal, polímeros, almidón polímero o derivado de almidón y el agente 40 de curado se puede hacer de cualquiera de las especies descritas en esta memoria en la producción de la composición de la capa barrera. La invención se refiere además a una capa barrera que se puede obtener secando la composición acuosa de barrera. El secado se puede llevar a cabo a temperatura ambiente o calentando la composición de barrera a una temperatura adecuada.

45 La capa barrera formada (revestimiento) puede tener un grosor del revestimiento total de aproximadamente 1 a aproximadamente 50, preferiblemente de aproximadamente 1 a aproximadamente 40, incluso más preferiblemente de aproximadamente 1 a aproximadamente 30, incluso más preferiblemente de aproximadamente 1 a aproximadamente 20, incluso más preferiblemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 20, y lo más preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 15 μm . 50

La capa barrera tiene muchos usos. Preferiblemente, la capa de barrera se usa como una capa en un material de envasado, revestimiento de papel, revestimiento de tableros, películas de plástico tales como películas de poliolefina para material de envasado. Los ejemplos de poliolefinas son películas de polipropileno orientado (OPP), películas de poliéster y películas de polietileno. 55

La invención se refiere además a un material de envasado que comprende una capa barrera y una capa sustrato. La capa sustrato preferiblemente implica papel o cartón, normalmente de un peso por unidad de superficie o gramaje de aproximadamente 50 a aproximadamente 600, preferiblemente de aproximadamente 200 a aproximadamente 500 g/m^2 . Sin embargo, la capa sustrato también puede comprender un material polímero, preferiblemente con un peso por 60 unidad de superficie o gramaje correspondiente. La capa barrera se aplica preferiblemente como una película líquida de la composición acuosa de barrera como se describe en esta memoria. La capa barrera se dispone preferiblemente sobre la capa sustrato o sobre una capa vehículo usando tecnología de revestimiento, con un peso por unidad de superficie de aproximadamente 1 a aproximadamente 30, preferiblemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 20, y lo más preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 15 g/m^2 calculado en peso. Si la capa aplicada es demasiado fina, las propiedades de barrera pueden ser demasiado pobres y si es demasiado gruesa existe el riesgo de 65 que la capa barrera se haga demasiado rígida, lo cual a su vez puede producir grietas en la misma. La capa vehículo puede consistir en papel, plástico, papel revestido de plástico o combinaciones de los mismos. Preferiblemente, la capa vehículo preferiblemente consiste en papel con un peso por unidad de superficie o gramaje de aproximadamente

ES 2 306 249 T3

5 a aproximadamente 35, preferiblemente de aproximadamente 7 a aproximadamente 25, y lo más preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 20 g/m². La capa vehículo, la capa barrera y las capas sustrato están adecuadamente unidas como se hace convencionalmente en la técnica anterior.

- 5 La invención además implica un envase, específicamente adecuado para alimentos, hecho del material de envasado. El envase se puede producir según cualquier método convencional conocidos en la técnica.

Habiendo así descrito la invención, será obvio que la misma se puede variar de muchas formas. Dichas variaciones no deben considerarse como una desviación de la esencia y alcance de la presente invención, y todas dichas modificaciones, como será evidente para un experto en la técnica, se pretende que estén incluidas dentro del alcance de las reivindicaciones. Aunque los siguientes ejemplos proporcionan detalles más específicos de las reacciones, los principios generales se han descrito aquí. Los siguientes ejemplos ilustrarán con más detalle como puede llevarse a cabo la invención descrita, sin limitar su alcance.

- 15 Todas las partes y porcentajes se refieren a partes y porcentajes en peso, si no se dice lo contrario.

Ejemplo 1

20 Se añadió un sol de sílice (Bindzil® 40/170), un sol de sílice comercial disponible en Eka Chemicals AB, a poli (alcohol vinílico) (PVOH) mientras se agitaba a temperatura ambiente. Después, se añadió a la mezcla un agente de curado.

25 Se moldearon películas en ranuras de 200 µm. Las películas que no se calentaron se secaron a temperatura ambiente durante 24 horas. Las películas que se calentaron durante 10 min a 100°C, se secaron primero durante 4 h a temperatura ambiente y después se secaron otra vez a temperatura ambiente durante 20 horas más.

TABLA 1

30

Nº	Bindzil® 40/170 (g)	PVOH-10 % (g)	Agente de curado	Cantidad del agente de curado (g)
35 1	25	100	---	---
2	25	100	Kymene 625	0,25
3	25	100	Kenores 220	0,25
40 4	25	100	AZC	0,125
5	25	100	AZC	0,25

45

AZC: Carbonato de amonio y circonio

Kenores 220 y Kymene 625 son resinas de poliamidoamina disponibles en Eka Chemicals AB y Hercules respectivamente

50

Resistencia al agua

Se depositaron 5 gotas de agua sobre cada película respectiva y se evaluó la resistencia al agua después de 24 h, de acuerdo con la siguiente tabla con las siguientes indicaciones:

55

0: película disuelta

1: impacto grave en la película

60

2: algo de impacto en la película

3: sin impacto

65

ES 2 306 249 T3

TABLA 2

Nº	Película (20°C)	Película (100°C)
1	0	1
2	1	2
3	1	2
4	1	1-2
5	1	2

Como puede verse claramente en la tabla 2, la resistencia al agua aumenta cuando se ha añadido un agente de curado que contribuye a la formación de una red polímera y al acoplamiento de partículas de sílice a la misma, comparado con la referencia 1.

Ejemplo 2

Se llevaron a cabo más experimentos de acuerdo con el ejemplo 1, excepto por las diferentes cantidades y especies de soles de sílice (soles de sílice Bindzil® disponibles en Eka Chemicals AB) y los agentes de curado que forman el revestimiento barrera final. Los revestimientos preparados que no se calentaron se secaron primero 6 horas en lugar de 4 horas como en el ejemplo 1.

TABLA 3

Nº	Sol	Cantidad de sol (g)	Mowilith LDM 7602S (g)	Agente de curado	Cantidad del agente de curado (g)
1	Bindzil® 40/170	85	100	Kymene 625	3,7
2	-"-	85	100	Kenores 220	3,7
3	Bindzil® 30/360	113	100	---	---
4	-"-	113	100	Kymene 625	4,3
5	-"-	113	100	Kenores 220	4,3

Resistencia al agua

Se depositaron 3 gotas de agua sobre las respectivas películas para evaluar la resistencia al agua de acuerdo con las categorías 0-3 mencionadas antes. La resistencia al agua se midió después de 10 minutos.

TABLA 4

Nº	Película (20°C)	Película (100°C)
1	2	3
2	2	3
3	0	1
4	2	2-3
5	2	2-3

ES 2 306 249 T3

Como puede verse claramente, el agente de curado contribuye a aumentar la resistencia al agua en vista de la referencia 2.

Ejemplo 3

Se añadió un sol de sílice (Bindzil® 40/170), un sol de sílice comercial disponible en Eka Chemicals AB, a poli (alcohol vinílico) (PVOH) de diferentes pesos moleculares mientras se agitaba a temperatura ambiente. Después, se añadió a la mezcla un agente de curado.

Se moldearon películas en ranuras de 200 μm . Las películas que no se calentaron se secaron a temperatura ambiente durante 24 horas. Las películas que se calentaron durante 10 min a 100°C o 150°C, se secaron primero durante 20 h a temperatura ambiente y después se secaron otra vez a temperatura ambiente durante 4 horas más.

TABLA 5

Nº	Bindzil® 40/170 (g)	PVOH- 10 % (g)	PVOH, M_w (g/mol)	Agente de curado	Cantidad del agente de curado (g)
1	25	100	9.000 - 10.000	---	---
2	25	100	9.000 - 10.000	H ₂ SO ₄ (conc.)	0,25
3	25	100	13.000 - 23.000	---	
4	25	100	13.000 - 23.000	H ₂ SO ₄ (conc.)	0,50
5	25	100	22.000	---	
6	25	100	22.000	H ₂ SO ₄ (conc.)	0,50
7	25	100	22.000	Ácido metilsulfónico	0,50
8	25	100	89.000 - 98.000	---	
9	25	100	89.000 - 98.000	H ₂ SO ₄ (conc.)	0,25
10	25	100	89.000 - 98.000	H ₂ SO ₄ (conc.)	0,50
11	25	100	89.000 - 98.000	HCl (37 %)	0,50
12	25	100	89.000 - 98.000	Ácido metilsulfónico	0,50

Resistencia al agua

Se depositaron 10 gotas de agua sobre cada película respectiva y se evaluó la resistencia al agua después de 24 h, de acuerdo con la siguiente tabla con las siguientes indicaciones:

0: película disuelta

1: impacto grave en la película

2: algo de impacto en la película

3: sin impacto

TABLA 6

Nº	Película (20°C)	Película (100°C)	Película (150°C)	Transparencia de la película	Nota
1	0 -(1)	0-1	0-1	Película opaca	Referencia
2	0 -(1)	0-1	3	Película ligeramente opaca	
3	0	1	2	Película opaca	Referencia
4	0	2	2	Película ligeramente opaca	
5	0	0-1	1	Película opaca	Referencia
6	0	1	3	Película transparente	
7	0	2	2-3	Película ligeramente opaca	
8	0	1-(2)	(1)-2	Película blanca/opaca	Referencia
9	2	(2)-3	3	Película ligeramente opaca	
10	1-(2)	(2)-3	3	Película ligeramente opaca	
11	(1)-2	(2)-3	3	Película ligeramente opaca	
12	0-1	(2)-3	3	Película ligeramente opaca	

Como puede verse claramente en la tabla 6, la resistencia al agua aumenta cuando se ha añadido un agente de curado que contribuye a la formación de una red polímera y al acoplamiento de partículas de sílice a la misma, comparado con las referencias. Además, se puede observar que la transparencia de la película mejora tras la adición de un agente de curado, lo que indica mejor compatibilidad de la película.

Ejemplo 4

Se añadió un sol de sílice (Bindzil® 40/170), un sol de sílice comercial disponible en Eka Chemicals AB, a poli (alcohol vinílico) (PVOH) mientras se agitaba a temperatura ambiente. Después, se añadió a la mezcla un agente de curado.

Se moldearon películas en ranuras de 200 μm . Las películas primero se secaron durante 20 h a temperatura ambiente, se calentaron durante 10 minutos a temperatura elevada, como se indica en la Tabla 8, y después se secaron otra vez a temperatura ambiente durante 4 horas más.

TABLA 7

Nº	Bindzil® 40/170 (g)	PVOH- 10 % (g)	PVOH, M_w (g/mol)	Agente de curado	Cantidad del agente de curado (g)
1	25	100	89.000 - 98.000	---	---
2	25	100	89.000 - 98.000	H ₃ PO ₄ (conc.)	0,50

Resistencia al agua

Se depositaron 10 gotas de agua sobre cada película respectiva y se evaluó la resistencia al agua después de 24 h, de acuerdo con la siguiente tabla con las siguientes indicaciones:

- 0: película disuelta
- 1: impacto grave en la película
- 2: algo de impacto en la película
- 3: sin impacto

ES 2 306 249 T3

TABLA 8

Nº	Película (100°C)	Película (110°C)	Película (120°C)	Película (130 °C)	Película (140°C)
1	1	---	---	1	---
2	1-2	1-2	2	2	1-2

Las películas con agente de curado eran transparentes/ligeramente opacas, mientras que las películas hechas con composiciones sin agente de curado eran blancas/muy opacas.

Ejemplo 5

Se añadió un sol de sílice (Bindzil® 40/170), un sol de sílice comercial disponible en Eka Chemicals AB, a poli (alcohol vinílico) (PVOH) mientras se agitaba a temperatura ambiente. Después, se añadió a la mezcla un agente de curado.

Se moldearon películas en ranuras de 200 μm . Las películas primero se secaron durante 20 h a temperatura ambiente, se calentaron durante diferentes intervalos de tiempo a 150°C, como se indica en la Tabla 10, y después se secaron otra vez a temperatura ambiente durante 4 horas más.

TABLA 9

Nº	Bindzil® 40/170 (g)	PVOH- 10% (g)	PVOH, M_w (g/mol)	Agente de curado	Cantidad del agente de curado (g)
1	25	100	89.000 - 98.000	--	---
2	25	100	89.000 - 98.000	H ₃ PO ₄ (conc.)	0,50

Resistencia al agua

Se depositaron 10 gotas de agua sobre cada película respectiva y se evaluó la resistencia al agua después de 24 h, de acuerdo con la siguiente tabla con las siguientes indicaciones:

0: película disuelta

1: impacto grave en la película

2: algo de impacto en la película

3: sin impacto

TABLA 10

Nº	Tiempo de calentamiento a 150 °C						
	30 s	1 min	2 min	4 min	6 min	8 min	10 min
1	0-1	0-1	1	1	2	1	1
2	0-1	0-1	2	2	2-3	2	0-1

REIVINDICACIONES

- 5 1. Método para producir una composición acuosa que comprende mezclar partículas de sílice coloidal; un polímero, almidón o derivado de almidón; y un agente de curado en una dispersión, en el que el agente de curado es capaz de reticular dicho polímero, almidón o derivado de almidón y acoplar las partículas de sílice a dicho polímero, almidón o derivado de almidón.
- 10 2. Método según la reivindicación 1, en el que la dispersión se calienta mientras se añade el agente de curado.
3. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en el que la dispersión se calienta a una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 150°C.
- 15 4. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que las partículas de sílice coloidal tienen una superficie específica de aproximadamente 50 a aproximadamente 500 m²/g.
5. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el agente de curado se selecciona de ácidos o sales sulfónicos, resinas de poliaminoamida, compuestos de circonio, ácidos minerales y mezclas de los mismos.
- 20 6. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el polímero es un látex.
7. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el polímero es un poli(alcohol vinílico).
- 25 8. Composición acuosa que comprende partículas de sílice coloidal; al menos un polímero, almidón o un derivado de almidón; y un agente de curado capaz de reticular dicho polímero, almidón o derivado de almidón.
9. Capa barrera que se puede obtener secando una composición acuosa según la reivindicación 8.
- 30 10. Método para producir un material de envasado laminado que comprende una capa sustrato y una capa barrera según la reivindicación 9, en el que el material de envasado se forma depositando y posteriormente secando una composición acuosa según la reivindicación 8, sobre una capa sustrato.
11. Material de envasado laminado que se puede obtener por el método de la reivindicación 10.
- 35 12. Uso de un material de envasado laminado según la reivindicación 11, como un envase para productos alimentarios líquidos o sólidos.