

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 924 852**

51 Int. Cl.:

C08J 5/18 (2006.01)

C08L 29/00 (2006.01)

B65D 65/46 (2006.01)

C11D 17/04 (2006.01)

C08L 29/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.04.2017 PCT/US2017/027433**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.10.2017 WO17180883**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.04.2017 E 17734868 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.05.2022 EP 3443030**

54 Título: **Película hidrosoluble, paquetes que emplean la película y métodos para fabricar y usar la misma**

30 Prioridad:

13.04.2016 US 201662322216 P

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

11.10.2022

73 Titular/es:

**MONOSOL, LLC (100.0%)
707 East 80th Place Suite 301
Merrillville, Indiana 46410, US**

72 Inventor/es:

**FRIEDRICH, STEVEN G.;
LEE, DAVID M. y
NII, SHINSUKE**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 924 852 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

Película hidrosoluble, paquetes que emplean la película y métodos para fabricar y usar la misma

5 Antecedentes

Campo de la divulgación

10 La divulgación se refiere en general a películas hidrosolubles. Más en particular, la divulgación se refiere a películas hidrosolubles a base de alcohol polivinílico útiles para envasar ingredientes y liberarlos en agua fría después de una cantidad de tiempo deseada.

Breve descripción de la tecnología relacionada

15 Las películas poliméricas hidrosolubles se usan habitualmente como materiales de envasado para simplificar la dispersión, el vertido, la disolución y la dosificación de un material que ha de entregarse. Por ejemplo, las bolsas hechas de película hidrosoluble se usan comúnmente para envasar composiciones para el cuidado del hogar tales como detergente para ropa o lavavajillas. Un consumidor puede añadir directamente la composición embolsada a un recipiente de mezcla, tal como un cubo, fregadero o lavadora. Ventajosamente, esto permite una dosificación precisa, eliminando al mismo tiempo la necesidad de que el consumidor mida la composición. La composición embolsada también puede reducir el desorden que se asociaría a la dispensación de una composición similar desde un recipiente, tal como el vertido de un detergente líquido desde una botella. En resumen, las bolsas de película polimérica premedida soluble brindan conveniencia para el uso del consumidor en diversas aplicaciones.

25 Algunas películas poliméricas hidrosolubles que se utilizan para fabricar las bolsas comercializadas actualmente pueden disolverse de forma incompleta durante el ciclo de lavado, dejando un residuo de película en los artículos del lavado. Dichos problemas pueden surgir particularmente cuando la bolsa se usa en condiciones de lavado de tensión, tal como cuando la bolsa se usa en agua fría, es decir, agua a una temperatura tan baja como 5 °C. Notablemente, las preocupaciones ambientales y el coste de la energía están impulsando el deseo de los consumidores de utilizar agua de lavado más fría.

Más recientemente, el REGLAMENTO (UE) N.º 1297/2014 DE LA COMISIÓN de 5 de diciembre de 2014 modificado, a los efectos de su adaptación al progreso técnico y científico, Reglamento (CE) N.º 1272/2008 del Parlamento Europeo y del Consejo sobre clasificación, etiquetado y envasado de sustancias y mezclas para exigir disposiciones adicionales para el detergente líquido para ropa de consumo en dosis para un solo uso contenidas en un envase soluble. Entre esas disposiciones se encontraban los requisitos de que el envase soluble debe retener su contenido líquido durante al menos 30 segundos cuando el envase soluble se coloca en agua a 20 °C. JP2000 169896 A describe un producto de lavado que tiene una excelente solubilidad en agua de lavado a baja temperatura. El producto es un paquete similar a una bolsita para un material detergente, donde el material de la bolsita está hecho de un laminado hidrosoluble formado a partir de una red que consiste en una fibra de alcohol polivinílico (PVOH) parcialmente saponificada hidrosoluble y una película de tipo PVOH hidrosoluble completamente saponificada. El documento JP 4 095595 B2 y KOTAKE H ET AL ("Film used as packaging material, contains polyvinyl alcohol with preset co-polymerization rate of vinyl unit containing anionic group, saponification degree and viscosity", WPI/THOMSON, vol. 2006, n.º 22, 9 de marzo de 2006 (2006-03-09)) ambos enseñan que la incorporación de un grupo aniónico maleico en un polímero de PVOH en una cantidad del 2 al 5 % en moles da como resultado una solubilidad favorable en agua fría de un polímero usado para una bolsa que contiene detergente. El documento US 2011/189413 A1 describe una película hidrosoluble que comprende una mezcla de resinas de PVOH que tienen diferentes viscosidades. Las películas hidrosolubles se utilizan para el contacto con líquidos y los paquetes y bolsas se fabrican a partir de las películas, que se rellenan opcionalmente con componentes activos, tales como detergentes. Los paquetes, es decir, las películas, deben lograr una buena solubilidad en agua fría y tener una procesabilidad adecuada.

Por lo tanto, existe una necesidad en la técnica de una película hidrosoluble que sea hidrosoluble fría, que se pueden formar en paquetes para contener detergentes líquidos y donde se deseen propiedades como la disolución de las películas, incluida la cantidad de residuos de película que quedan tras la exposición al agua y otras propiedades físicas, tal como la resistencia de los paquetes. Se ha descubierto que las propiedades de disolución de la película hidrosoluble y la resistencia de los paquetes son propiedades mutuamente excluyentes y que se necesita una selección cuidadosa para equilibrar el toma y daca de estas propiedades.

Sumario

60 La presente solicitud se refiere a una película que comprende una mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico (PVOH) diferentes, del 10 % al 50 % en peso de la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes de un primer polímero de alcohol polivinílico que comprende al menos dos monómeros, comprendiendo el primer monómero una unidad monomérica derivada de ácido maleico, comprendiendo un segundo monómero una unidad monomérica de alcohol vinílico y, opcionalmente, comprendiendo un tercer monómero una unidad monomérica de acetato de vinilo, la cantidad de unidades monoméricas derivadas de ácido maleico está entre el 3 % en moles y

el 6 % en moles del primer polímero de alcohol polivinílico; del 50 % al 90 % en peso de la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes de un segundo polímero de alcohol polivinílico que consiste en unidades monoméricas de alcohol vinílico y (opcionalmente) unidades monoméricas de acetato de vinilo.

5 Para las composiciones y métodos que se describen en el presente documento, se contemplan características opcionales, que incluyen, pero sin limitación, componentes, intervalos de composición de los mismos, sustituyentes, condiciones y etapas para su selección entre los diversos aspectos, realizaciones y ejemplos proporcionados en el presente documento.

10 Para los expertos habituales en la materia serán evidentes aspectos y ventajas adicionales a partir de una revisión de la siguiente descripción detallada, tomada conjuntamente con los dibujos. Mientras la película, la bolsa y sus métodos de fabricación son susceptibles de realizaciones en diversas formas, la descripción a continuación incluye realizaciones específicas, entendiéndose que la divulgación es ilustrativa, y no pretende limitar la invención a las realizaciones específicas que se describen en el presente documento.

15

Breve descripción de los dibujos

Para facilitar aún más la comprensión de la presente invención, se adjuntan 4 figuras de dibujos.

20 La figura 1 muestra un gráfico de las propiedades de resistencia de la bolsa de las películas hidrosolubles.

La figura 2 muestra un esquema del equipo y la orientación de un paquete en el método de ensayo de resistencia de la bolsa.

25 La figura 3 muestra una ilustración de un ejemplo de una jaula de estructura de alambre (que se muestra con la parte superior abierta, para ilustrar mejor las bolsas hidrosolubles que contiene) para su uso en la prueba de liberación de líquido descrita en el presente documento.

30 La figura 4 muestra un aparato para realizar la prueba de liberación de líquido descrita en el presente documento, incluido un vaso de precipitados apoyado sobre un soporte, sosteniendo el soporte una varilla para bajar una jaula en el vaso de precipitados, pudiéndose fijar la varilla mediante un collar con un tornillo de fijación (no mostrado).

Descripción detallada

35 Definiciones

"Que comprende", como se usa en el presente documento, significa que varios componentes, ingredientes o etapas que se pueden emplear conjuntamente en la práctica de la presente divulgación. Por consiguiente, la expresión "que comprende/n" abarca los términos más restrictivos "que consiste/n esencialmente en" y "que consiste/n en". Las presentes composiciones pueden comprender, consistir esencialmente en o consistir en cualquiera de los elementos requeridos y opcionales descritos en el presente documento.

45 "Líquido" como se usa en el presente documento incluye pastas, líquidos, geles, espumas y mousses. Ejemplos no limitantes de líquidos incluyen: composiciones detergentes líquidas para trabajo ligero y trabajo pesado, potenciadores de tejidos, composiciones de limpieza de superficies duras, geles detergentes comúnmente utilizados para lavar ropa y lavar platos, aditivos blanqueadores y para el lavado de ropa, champús, lavados corporales y otras composiciones para el cuidado personal. Los gases (por ejemplo, burbujas o sólidos en suspensión, por ejemplo, partículas) pueden incluirse dentro del líquido. Se contemplan particularmente las composiciones detergentes líquidas para trabajo ligero y trabajo pesado, por ejemplo, para el cuidado de la ropa.

50

Todos los porcentajes, las partes y las proporciones se basan en el peso seco total de la composición de la película o el peso total de la composición del contenido del paquete de la presente divulgación y todas las mediciones realizadas son a aproximadamente 25 °C, a menos que se indique lo contrario. Todos los pesos correspondientes a los ingredientes enumerados se basan en el nivel del principio activo y, por lo tanto, no incluyen vehículos o subproductos que puedan estar incluidos en materiales disponibles comercialmente, a menos que se indique lo contrario.

55

Todos los intervalos que se exponen en el presente documento incluyen todos los posibles subconjuntos de intervalos y cualesquier combinaciones de dichos subconjuntos de intervalos. Por defecto, los intervalos incluyen los puntos finales indicados, a menos que se indique lo contrario. Cuando se proporciona un intervalo de valores, se entiende que cada valor intermedio entre el límite superior y el límite inferior de ese intervalo y cualquier otro valor indicado o intermedio en ese intervalo indicado, se incluye dentro de la divulgación. Los límites superior e inferior de estos intervalos más pequeños pueden incluirse independientemente en los intervalos más pequeños y también están englobados dentro de la divulgación, sujetos a cualquier límite específicamente excluido en el intervalo establecido. Cuando el intervalo indicado incluye uno o ambos límites, también se contempla que formen parte de la divulgación intervalos que excluyan uno cualquiera de los dos o ambos límites incluidos.

65

Se contempla expresamente que para cualquier valor numérico descrito en el presente documento, por ejemplo, como un parámetro de la materia objeto descrita o parte de un intervalo asociado a la materia objeto descrita, una alternativa que forma parte de la descripción es un intervalo funcionalmente equivalente que rodea el valor numérico específico (por ejemplo, para una dimensión desvelada como "40 mm", una realización alternativa contemplada es "aproximadamente 40 mm").

Las bolsas descritas en el presente documento comprenden una película hidrosoluble. La película hidrosoluble, las bolsas que comprenden la película hidrosoluble, las composiciones contenidas en las bolsas (es decir, "composiciones en bolsa"), los empaquetados para las bolsas y los procesos de lavado que utilizan una bolsa se describen a continuación en el presente documento.

Como se usa en el presente documento, los términos paquete(s) y bolsa(s) deben considerarse intercambiables. En ciertas realizaciones, los términos paquete(s) y bolsa(s), respectivamente, se usan para referirse a un recipiente hecho con la película y un recipiente sellado que preferentemente tiene un material sellado en su interior, por ejemplo, en forma de un sistema de administración de dosis medidas. Las bolsas selladas se pueden fabricar con cualquier método adecuado, incluyendo tales procesos y características tales como termosellado, soldadura con disolvente y sellado adhesivo (por ejemplo, con el uso de un adhesivo hidrosoluble).

Como se usa en el presente documento y a menos que se especifique lo contrario, se entiende que la expresión "% en peso" se refiere a la composición del elemento identificado en partes "secas" (sin agua) en peso de la película completa (cuando corresponda) o partes en peso de la composición completa encerrada dentro de una bolsa (cuando corresponda).

Como se usa en el presente documento y a menos que se especifique lo contrario, el término "PHR" se refiere a la composición del elemento identificado en partes por cien partes de polímero hidrosoluble (o resina; ya sea de PVOH o de otro tipo) en la película hidrosoluble.

La viscosidad de un polímero de PVOH (μ) se determina midiendo una solución recién preparada usando un viscosímetro Brookfield de tipo LV con adaptador UL como se describe en la Norma Británica EN ISO 15023-2:2006 Anexo E Método de Ensayo de Brookfield. La práctica internacional es indicar la viscosidad de las soluciones acuosas de alcohol polivinílico al 4 % a 20 °C. Debe entenderse que todas las viscosidades poliméricas especificadas en el presente documento en centipoises (cP) se refieren a la viscosidad de una solución de alcohol polivinílico acuosa al 4 % a 20 °C, a menos que se especifique lo contrario. De manera análoga, cuando se describe que una resina tiene (o no tiene) una viscosidad particular, a menos que se especifique lo contrario, se pretende que la viscosidad especificada sea la viscosidad promedio de la resina, que inherentemente tiene una distribución de peso molecular correspondiente.

Como se describe a continuación, la película descrita en el presente documento proporciona sorprendentemente el equilibrio de las propiedades de la película de solubilidad y la resistencia de los paquetes hechos de la película hidrosoluble para dar la selección de una película hidrosoluble deseada.

La película incluye una mezcla de resina de copolímero de alcohol polivinílico (PVOH) hidrosoluble, un plastificante, un tensoactivo e ingredientes opcionales.

La película se puede fabricar mediante un método de fundición en solución. La película se puede utilizar para formar un recipiente (bolsa) mediante cualquier proceso adecuado, incluyendo termoformación y, por ejemplo, sellado con disolvente o termosellado de capas de película aproximadamente la periferia del recipiente. Las bolsas se pueden usar para dosificar materiales que se entregarán en agua a granel, por ejemplo.

Se contempla que la película, las bolsas y los métodos relacionados de fabricación y uso incluyen realizaciones que incluyen cualquier combinación de uno o más de los elementos opcionales adicionales, características y etapas que se describen más adelante (incluidos los que se muestran en los ejemplos y las figuras), a menos que se indique lo contrario.

55 Película hidrosoluble

La película y las bolsas relacionadas descritas en el presente documento comprenden una película hidrosoluble plastificada, fundida por solución. En un aspecto, la película hidrosoluble comprende un total de al menos aproximadamente el 50 % en peso de una mezcla de resina de PVOH que comprende al menos dos polímeros de PVOH. La película puede tener cualquier espesor adecuado y es típico y particularmente contemplado un espesor de película de aproximadamente 76 micrómetros (μm). Otros valores e intervalos contemplados incluyen valores en un intervalo de aproximadamente 50 a 80 μm o de aproximadamente 5 a aproximadamente 200 μm o de aproximadamente 20 μm a aproximadamente 100 μm o de aproximadamente 40 a aproximadamente 85 μm o de aproximadamente 60 a aproximadamente 78 μm o de aproximadamente 35 μm a aproximadamente 100 μm , por ejemplo de aproximadamente 65 μm o aproximadamente 76 μm . Opcionalmente, la película hidrosoluble puede ser una película independiente que consista en una capa o una pluralidad de capas similares.

MEZCLA DE RESINA PVOH

5 La película descrita en el presente documento incluye al menos dos polímeros de alcohol polivinílico (PVOH) diferentes para compensar el contenido de resina de PVOH de la película. Las propiedades físicas deseadas de una película resultante de esta mezcla de resinas de PVOH permiten la optimización de las propiedades de la película hidrosoluble entre la solubilidad y la resistencia de los envases fabricados con la película hidrosoluble.

10 El alcohol polivinílico es una resina sintética que se prepara generalmente mediante la alcoholólisis, por lo general denominada hidrólisis o saponificación, de acetato de polivinilo. El PVOH totalmente hidrolizado, donde prácticamente todos los grupos acetato se han convertido en grupos alcohol, es un polímero altamente cristalino unido fuertemente por enlaces de hidrógeno, que solamente se disuelve en agua caliente a más de aproximadamente 60 °C (aproximadamente 140 °F). Si se permite que quede un número suficiente de grupos acetato después de la hidrólisis del acetato de polivinilo, es decir, el polímero PVOH está parcialmente hidrolizado, entonces el polímero tiene enlaces de hidrógeno más débiles, menos cristalino y generalmente es hidrosoluble en agua fría, a menos de aproximadamente 15 10 °C (aproximadamente 50 °F). Como tal, el polímero parcialmente hidrolizado es un copolímero de acetato de vinilo y alcohol vinílico que es un copolímero de PVOH, pero comúnmente se le conoce como PVOH.

20 Las resinas de copolímero de PVOH con grupos carboxílicos colgantes, tales como las resinas de sal de sodio de alcohol vinílico/acrilato de metilo hidrolizado, pueden formar anillos de lactona entre los grupos alcohol y carboxilo colgantes vecinos, reduciendo de este modo la solubilidad en agua de la resina de copolímero de PVOH. En presencia de una base fuerte tal como un aditivo blanqueador de lavado de ropa, los anillos de lactona pueden abrirse en el transcurso de varias semanas en condiciones relativamente cálidas (ambiente) y de humedad alta (por ejemplo, a través de reacciones de apertura de anillos de lactona para formar los correspondientes grupos alcohol y carboxilo colgantes con mayor solubilidad en agua). Por lo tanto, al contrario del efecto observado con películas de homopolímero de PVOH, se cree que una película de copolímero de PVOH de este tipo puede volverse más soluble debido a interacciones químicas entre la película y una composición alcalina dentro de la bolsa durante el almacenamiento. En consecuencia, a medida que envejecen, los paquetes pueden volverse cada vez más propensos a la disolución prematura durante condiciones de almacenamiento húmedas o mojadas o exposición accidental al agua, lo que conduce a una disminución de la resistencia de la bolsa y/o una disminución de la eficacia de ciertos activos de lavado debido a la presencia del agente blanqueador y la influencia del pH resultante. Como alternativa, cuando se pone en contacto la película con una formulación de pH casi neutro, por ejemplo, pH de 7 a 8, la cantidad de anillos de lactona podría aumentar, potencialmente haciendo que la bolsa sea relativamente insoluble.

35 La mezcla de resinas de PVOH incluirá una mezcla de dos o más resinas de PVOH, la primera resina de PVOH se selecciona de un copolímero de PVOH parcial o totalmente hidrolizado que un polímero derivado de ácido maleico que incluye una unidad monomérica derivada de ácido maleico, una unidad monomérica de alcohol vinílico y, opcionalmente, una unidad monomérica de acetato de vinilo y una segunda resina de PVOH es un copolímero de PVOH parcial o totalmente hidrolizado que incluye una unidad monomérica de alcohol vinílico y, opcionalmente, una 40 unidad monomérica de acetato de vinilo.

En diversas realizaciones, la unidad monomérica derivada del ácido maleico puede ser uno o más de ácido maleico, maleato de monoalquilo, maleato de dialquilo, maleato de monometilo, maleato de dimetilo, anhídrido maleico, sales de metales alcalinos de los anteriores (por ejemplo, sales de sodio, potasio u otros metales alcalinos), ésteres de los 45 anteriores (por ejemplo, ésteres de metilo, etilo u otros alquilos C₁-C₆) y combinaciones de los mismos (por ejemplo, múltiples tipos de monómeros aniónicos o formas equivalentes del mismo monómero aniónico). Por ejemplo, la unidad monomérica derivada de ácido maleico puede incluir uno o más maleatos de monoalquilo, maleato de dialquilo y sales de metales alcalinos del mismo (por ejemplo, sales de sodio). De manera análoga, el monómero aniónico puede incluir uno o más de maleato de monometilo, maleato de dimetilo y sales de metales alcalinos de los mismos (por ejemplo, sales de sodio). 50

La cantidad de inclusión de unidades monoméricas derivadas de ácido maleico o grupos funcionales en la resina de PVOH puede estar en un intervalo de 1 a 10 % en moles o de 1,5 a 8 % en moles o de 2 a 6 % en moles o de 3 a 6 % en moles o de 3 a 5 % en moles o de 1 a 4 % en moles, por ejemplo, 2 % en moles, 3 % en moles, 3,5 % en moles, 55 4 % en moles, 4,5 % en moles, 5 % en moles, 6 % en moles, 7 % en moles u 8 % en moles.

En otro aspecto, el número de grupos colgantes introducidos por copolimerización puede estar en un intervalo del 1 % al 20 % o del 1,5 % al 8 % o del 6 % al 12 % o del 2 % al 12 % o del 2 % al 10 % o de al menos el 2,5 % o de al menos el 3 % o de al menos el 3,5 %, por ejemplo, 2 %, el 3 %, 6 % u 8 %. 60

Como alternativa o adicionalmente, la(s) unidad(es) monoméricas aniónicas, tales como las unidades monoméricas derivadas del ácido maleico, pueden caracterizarse en términos de las unidades monoméricas aniónicas presentes en la película de PVOH, por ejemplo, como contenido molar (% en moles) de las unidades monoméricas aniónicas en comparación con la cantidad total de polímero de PVOH en la película (por ejemplo, total de polímero de PVOH, incluyendo homopolímero(s) y copolímero(s), en la mezcla de resina de PVOH). La(s) unidad(es) monomérica(s) aniónica(s) puede(n) estar(s) presente(s) en la película hidrosoluble en una cantidad en el intervalo de 65

aproximadamente 0,3 % en moles a aproximadamente 3 % en moles del polímero de PVOH total en la película. La(s) unidad(es) monomérica(s) aniónica(s) puede(n) estar(s) presente(s) en la película en una cantidad de al menos 0,3, 0,5, 0,75, 1,0 o 1,2 % en moles y/o hasta 3,0, 2,5, 2,0 o 1,7 % en moles, de polímero de PVOH total en la película. Por ejemplo, un primer polímero de PVOH que incluye unidades monoméricas aniónicas (carboxiladas) de unidades monoméricas derivadas de ácido maleico puede mezclarse con un segundo polímero de PVOH, tal como un homopolímero, en una mezcla de aproximadamente 20 % en peso/80 % en peso a aproximadamente 80 % en peso/20 % en peso para lograr un contenido de unidad monomérica aniónica de mezcla promedio de aproximadamente 0,5 % en moles a aproximadamente 3 % en moles del polímero de PVOH total. En otro tipo de realización, el contenido de unidades monoméricas aniónicas anterior puede aplicarse en relación con el contenido total de polímero de PVOH hidrosoluble en la película. En otro tipo de realización, el contenido de unidades monoméricas aniónicas anterior puede aplicarse en relación con el contenido total de polímero hidrosoluble en la película, PVOH o de otro tipo.

El disolvente para la saponificación del acetato de polivinilo en alcohol polivinílico suele ser metanol, que puede permanecer en el polvo de PVOH resultante, incluso después del secado. Al disolver el PVOH, el metanol se libera a la atmósfera. Por lo tanto, es deseable reducir el contenido de metanol que queda en el polvo de PVOH a menos del 3 % en peso o incluso a menos del 1 % en peso. Los métodos para eliminar los compuestos orgánicos volátiles incluyen el suministro de un gas que contiene agua durante el paso de secado, para reemplazar los compuestos orgánicos volátiles con agua en los polímeros de PVOH. Sin embargo, el PVOH modificado con monoésteres, los diésteres o los anhídridos de ácidos dicarboxílicos etilénicamente insaturados tienen una alta afinidad por el agua y el uso de agua-gas da como resultado la disolución de la superficie de las partículas de polvo y la aglomeración de partículas que dificulta el procesamiento del PVOH. Como alternativa, se ha utilizado un calentamiento prolongado a altas temperaturas para eliminar el metanol residual. Sin embargo, temperaturas tan altas promueven la reticulación entre el resto hidroxilo de PVOH y la unidad de monoéster, diéster y/o anhídrido, resultando en componentes insolubles.

Para reducir la cantidad de metanol residual en los copolímeros de PVOH, el copolímero saponificado se lava en una mezcla de metanol/acetato de metilo que tiene un contenido de acetato de metilo de aproximadamente 45 % en volumen o más, 60 % en volumen o más o 70 % en volumen o más. Por ejemplo, el gel de PVOH obtenido tras la etapa de saponificación se puede triturar con metanol/acetato de metilo en una relación 15/85 (v/v).

Además, con el fin de reducir la cantidad de hierro, el tamaño de partícula de la resina de PVOH final se puede reducir de manera que más del 95 % en peso pase a través de un tamiz de 1,0 mm o más del 30 % pase a través de un tamiz de 500 micrómetros o más del 45 % pase a través de un tamiz de 500 micrómetros. Si el tamaño de partícula de la resina de PVOH final es demasiado grande, la volatilización del metanol se vuelve difícil.

Para copolímeros de PVOH que contienen monoésteres, diésteres o anhídridos de ácido dicarboxílico etilénicamente insaturado, la cantidad de componentes insolubles puede reducirse controlando la proporción de formación de anillo de lactona a modificación del copolímero mediante saponificación parcial. La relación entre la formación del anillo de lactona y la modificación del copolímero se puede describir mediante la ecuación (Q):

$$0,05 \leq Y/X < 0,98 \text{ (Q)}$$

en la que X es la modificación del copolímero e Y es la formación del anillo de lactona. Para reducir la cantidad de materiales insolubles, Y/X es aproximadamente 0,80 o menos, aproximadamente 0,60 o menos o aproximadamente 0,40 o menos.

Los comonomeros adicionales incluyen monómeros aniónicos que incluyen ácido vinil acético, ácido maleico, maleato de monoalquilo, maleato de dialquilo, anhídrido maleico, ácido fumárico, fumarato de monoalquilo, fumarato de dialquilo, fumarato de monometilo, fumarato de dimetilo, anhídrido fumárico, ácido itacónico, itaconato de monometilo, itaconato de dimetilo, anhídrido itacónico, sales de metales alcalinos de los anteriores (por ejemplo, sales de sodio, potasio u otros metales alcalinos), ésteres de los anteriores (por ejemplo, metilo, ésteres de etilo u otros alquilos C₁-C₄ o C₆), y combinaciones de los mismos (por ejemplo, múltiples tipos de monómeros aniónicos o formas equivalentes del mismo monómero aniónico).

La cantidad de polímero de PVOH derivado de ácido maleico se combina con un polímero de PVOH que consta de unidades monoméricas de alcohol vinílico y (opcionalmente) unidades monoméricas de acetato de vinilo (por ejemplo, un homopolímero de PVOH que es alcohol polivinílico completamente hidrolizado o una combinación parcialmente hidrolizada de poli(alcohol vinílico-co-acetato de vinilo).

El homopolímero de PVOH que consiste en unidades monoméricas de alcohol vinílico y (opcionalmente) unidades monoméricas de acetato de vinilo comprende aproximadamente del 50 % al 90 % en peso de la mezcla de resina de PVOH o aproximadamente del 50 % al 80 % o aproximadamente del 50 % al 70 % o del 60 % al 70 % en peso de la mezcla de resinas de PVOH.

El homopolímero de PVOH que consiste en unidades monoméricas de alcohol vinílico y (opcionalmente) unidades

ES 2 924 852 T3

monoméricas de acetato de vinilo puede seleccionarse de uno o más homopolímeros de PVOH diferentes. Los homopolímeros de PVOH pueden diferir en viscosidad, en el grado de hidrólisis o en ambos.

5 Es bien sabido en la técnica que la viscosidad de las resinas de PVOH está correlacionada con el peso molecular promedio en peso. (\bar{M}_w) de la resina de PVOH y, a menudo, la viscosidad se usa como indicador del peso molecular promedio en peso. El homopolímero de PVOH puede tener una viscosidad de aproximadamente 3,0 a aproximadamente 40,0 cP o de aproximadamente 7,0 a aproximadamente 30,0 cP o de aproximadamente 10,0 a aproximadamente 35,0 cP o 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35. 36, 37, 38, 39, 40 cP. Los ejemplos específicos no limitantes incluyen:

10

POVAL* Nombre del grado	Viscosidad [cP]
4-88	3,5-4,5
6-88	5,0-6,0
8-88	7,0-9,0
13-88	11,5-14,5
18-88	16,5-19,8
23-88	21,5-24,5
26-88	24,5-27,5
32-88	30,0-34,0
40-88	38,0-42,0
3-80	2,8-3,3
26-80	21,0-31,0
32-80	29,0-35,0
40-80	37,0-45,0
5-82	4,5-5,2
3-85	3,4-4,0
* ex Kuraray	

15 La resina de homopolímero de PVOH puede tener un grado de hidrólisis (G.H. o GH) de al menos el 80 %, el 84 % o el 85 % y como máximo de aproximadamente el 99,7 %, el 98 %, el 96 % o el 80 %, por ejemplo, en un intervalo de aproximadamente el 84 % a aproximadamente el 90 % o del 85 % a el 88 % o del 86,5 % o en un intervalo del 85 % al 99,7 %, de aproximadamente el 88 % al 98 % o del 90 % al 96 %, por ejemplo, el 91 %, el 92 %, el 93 %, el 94 %, el 95 % o el 96 %. Como se usa en el presente documento, el grado de hidrólisis se expresa como porcentaje molar de unidades de acetato de vinilo convertidas en unidades de alcohol vinílico. Los ejemplos específicos no limitantes incluyen:

POVAL* Nombre del grado	Grado de hidrólisis [% en moles]
4-88	86,7-88,7
6-88	86,7-88,7
8-88	86,7-88,7
13-88	86,7-88,7
18-88	86,7-88,7
23-88	86,7-88,7
26-88	86,7-88,7
32-88	86,7-88,7
40-88	86,7-88,7
3-80	78,5-81,5
26-80	78,0-81,0
32-80	78,0-81,0
40-80	78,0-81,0
5-82	80,0-83,0
3-85	84,2-86,2
* ex Kuraray	

20

La primera resina de PVOH, el polímero PVOH derivado de ácido maleico, constituye la porción restante de la mezcla de resinas de PVOH o de aproximadamente el 10 % a aproximadamente el 50 % en peso de la mezcla de resinas de PVOH del polímero de PVOH derivado de ácido maleico o de aproximadamente el 20 % a aproximadamente el 50 % o de aproximadamente el 30 % a aproximadamente el 50 % o de aproximadamente el 30 % a aproximadamente el 40 % en peso de la mezcla de resina de PVOH.

25

El polímero de PVOH derivado de ácido maleico tiene una viscosidad entre aproximadamente 15 y aproximadamente

20 cP, o entre aproximadamente 15 y aproximadamente 18 cP. El grado de hidrólisis para el polímero de PVOH derivado de ácido maleico está entre aproximadamente el 88,0 % en moles y aproximadamente el 98,0 % en moles o entre el 90,0 % en moles y aproximadamente el 94 % en moles, o entre el 88,0 % en moles y el 92,0 % en moles, o entre aproximadamente el 60 % y aproximadamente el 99 % o entre aproximadamente el 80 % y aproximadamente el 98 %, o entre aproximadamente el 83 % y aproximadamente el 95 %, o entre aproximadamente el 85 % y aproximadamente el 92 %. Un ejemplo es un polímero de PVOH derivado de ácido maleico, sales de metales alcalinos de los anteriores (por ejemplo, sales de sodio, potasio u otros metales alcalinos), ésteres de los anteriores (por ejemplo, ésteres de metilo, etilo u otros alquilos C₁-C₄ o C₆) y combinaciones de los mismos, con una viscosidad entre 15 y 20 cP con un grado de hidrólisis entre 88,0 % en moles y 92,0 % en moles.

Como alternativa, el polímero de PVOH aniónicamente modificado puede tener una viscosidad de aproximadamente 10 cP a aproximadamente 40 cP o de aproximadamente 10 cP a aproximadamente 30 cP o de aproximadamente 12 cP a aproximadamente 25 cP o de aproximadamente 14 cP a 20 cP. La primera viscosidad μ_1 puede estar en un intervalo de aproximadamente 4 cP a aproximadamente 24 cP (por ejemplo, al menos aproximadamente 4, 8, 10 o 12 cP y/o hasta aproximadamente 12, 16, 20 o 24 cP, tal como de aproximadamente 10 cP a aproximadamente 16 cP o de aproximadamente 10 cP a aproximadamente 20 cP) y un grado de hidrólisis del 60 % a aproximadamente el 99 %, preferentemente de aproximadamente el 80 % a aproximadamente el 98 %, preferentemente de aproximadamente el 83 % a aproximadamente el 95 %, preferentemente de aproximadamente el 85 % a aproximadamente el 92 %.

La mezcla de resina de PVOH puede tener una viscosidad de mezcla de aproximadamente 10,0 a aproximadamente 25,0 cP o de aproximadamente 12,0 a aproximadamente 20,0 cP o de aproximadamente 13,0 a aproximadamente 16,0 cP o de aproximadamente 14,0 a aproximadamente 15,5 cP. Se puede desear tener el primer polímero de PVOH, el polímero PVOH derivado de ácido maleico, que tiene una primera viscosidad (μ_1) entre aproximadamente 10 cP y aproximadamente 30 cP y el segundo polímero de PVOH, y un segundo polímero de PVOH que consiste esencialmente en unidades monoméricas de alcohol vinílico y opcionalmente unidades monoméricas de acetato de vinilo, teniendo una segunda viscosidad (μ_2) de aproximadamente 40 cP o menos. En otro perfeccionamiento de las diversas realizaciones, una diferencia de viscosidad $|\mu_2 - \mu_1|$ para el polímero de PVOH derivado de ácido maleico y el homopolímero de PVOH está en un intervalo de aproximadamente 0 cP a aproximadamente 10 cP (por ejemplo, de aproximadamente 0 cP a aproximadamente 5 cP).

Sin el deseo de quedar ligados a teoría alguna, se cree que la selección de la combinación del polímero de PVOH derivado de ácido maleico y el homopolímero de PVOH proporciona las propiedades físicas deseadas para la solubilidad con la cantidad de resto de película hidrosoluble que se reduce en equilibrio con la resistencia del paquete hecho de la película hidrosoluble.

La mezcla de resina de PVOH puede comprender un polímero de PVOH aniónico en el que las unidades monoméricas aniónicas incluyan las unidades de polimerización de vinilo correspondientes a monómeros aniónicos de vinilo que incluyen ácido vinil acético, ácido maleico, maleato de monoalquilo, maleato de dialquilo, anhídrido maleico, ácido fumárico, fumarato de monoalquilo, fumarato de dialquilo, fumarato de monometilo, fumarato de dimetilo, anhídrido fumárico, ácido itacónico, itaconato de monometilo, itaconato de dimetilo, anhídrido itacónico, sales de metales alcalinos de los anteriores (por ejemplo, hidróxidos de sodio, sales de potasio u otros metales alcalinos), ésteres de los anteriores (por ejemplo, metilo, ésteres de etilo u otros alquilos C₁-C₄ o C₆), y combinaciones de los mismos (por ejemplo, múltiples tipos de monómeros aniónicos o formas equivalentes del mismo monómero aniónico). El otro polímero de PVOH aniónico que comprende unidades monoméricas aniónicas puede estar presente en el otro polímero de PVOH en una cantidad en el intervalo de aproximadamente 3 % en moles a aproximadamente 6 % en moles o de aproximadamente 3 % en moles a aproximadamente 5 % en moles o de aproximadamente el 3,5 % en moles hasta aproximadamente el 4,5 % en moles o de aproximadamente el 4 % en moles a aproximadamente el 4,5 % en moles, individualmente o colectivamente.

La película hidrosoluble puede contener al menos aproximadamente el 50 % en peso, el 55 % en peso, el 60 % en peso, el 65 % en peso, el 70 % en peso, el 75 % en peso, el 80 % en peso, el 85 % en peso o el 90 % en peso y/o hasta aproximadamente el 60 % en peso, el 70 % en peso, el 80 % en peso, el 90 % en peso, el 95 % en peso o el 99 % en peso de la mezcla de resina de PVOH.

En un aspecto, el primer polímero de PVOH está presente en la película hidrosoluble en una cantidad en un intervalo de aproximadamente el 30 % en peso a aproximadamente el 90 % en peso (o de aproximadamente el 40 % en peso a aproximadamente el 60 % en peso, de aproximadamente el 40 % en peso a aproximadamente el 70 % en peso) de polímeros de PVOH y copolímeros de PVOH totales en la película (es decir, con respecto al peso de la mezcla de resina de PVOH). Por ejemplo, el primer copolímero de PVOH puede estar presente en una cantidad de al menos el 30 % en peso, el 40 % en peso, el 45 % en peso, el 50 % en peso, el 55 % en peso, el 60 % en peso o el 65 % en peso y/o hasta aproximadamente el 55 % en peso, el 60 % en peso, el 65 % en peso, el 70 % en peso, el 75 % en peso, el 80 % en peso, el 85 % en peso o el 90 % en peso de polímeros de PVOH y copolímeros de PVOH totales en la película. En otro aspecto, las concentraciones anteriores del primer polímero de PVOH, como alternativa o adicionalmente, pueden ser con respecto al contenido total de polímero hidrosoluble en la película, PVOH o de otro tipo.

En un aspecto, el segundo polímero de PVOH está presente en una cantidad en un intervalo de aproximadamente el 10 % en peso a aproximadamente el 70 % en peso (o de aproximadamente el 30 % en peso a aproximadamente el 60 % en peso, de aproximadamente el 40 % en peso a aproximadamente el 60 % en peso) de polímeros de PVOH y copolímeros de PVOH totales en la película (es decir, con respecto al peso de la mezcla de resina de PVOH). Por ejemplo, el segundo polímero de PVOH puede estar presente en una cantidad de al menos el 10 % en peso, el 20 % en peso, el 30 % en peso o el 40 % en peso y/o hasta aproximadamente el 40 % en peso, el 50 % en peso, el 60 % en peso o el 70 % en peso de polímeros de PVOH y copolímeros de PVOH totales en la película. En otro aspecto, las concentraciones anteriores del segundo polímero de PVOH, como alternativa o adicionalmente, pueden ser con respecto al contenido total de polímero hidrosoluble en la película, PVOH o de otro tipo.

VISCOSIDAD

La viscosidad de un polímero de PVOH (μ) se determina midiendo una solución recién preparada usando un viscosímetro Brookfield de tipo LV con adaptador UL como se describe en la Norma Británica EN ISO 15023-2:2006 Anexo E Método de Ensayo de Brookfield. La práctica internacional es indicar la viscosidad de las soluciones acuosas de alcohol polivinílico al 4 % a 20 °C. Debe entenderse que todas las viscosidades poliméricas especificadas en el presente documento en centipoises (cP) se refieren a la viscosidad de una solución de alcohol polivinílico acuosa al 4 % a 20 °C, a menos que se especifique lo contrario. De manera análoga, cuando se describe que una resina tiene (o no tiene) una viscosidad particular, a menos que se especifique lo contrario, se pretende que la viscosidad especificada sea la viscosidad promedio de la resina, que inherentemente tiene una distribución de peso molecular correspondiente.

OTROS POLÍMEROS HIDROSOLUBLES

Otros polímeros hidrosolubles para su uso además de la mezcla de resina de PVOH para la película hidrosoluble pueden incluir, pero sin limitación, poliacrilatos, copolímeros de acrilato hidrosolubles, polivinilpirrolidona, polietilenimina, pululano, polímeros naturales hidrosolubles, incluyendo, aunque sin limitación, goma guar, goma arábiga, goma xantana, carragenina y almidón, derivados de polímeros hidrosolubles, incluyendo, aunque sin limitación, almidones modificados, almidón etoxilado y almidón hidroxipropilado, copolímeros de los anteriores y combinaciones de cualquiera de los anteriores. Otros polímeros hidrosolubles pueden incluir óxidos de polialquileño, poliacrilamidas, ácidos poliacrílicos y sales de los mismos, celulosas, éteres de celulosa, ésteres de celulosa, amidas de celulosa, acetatos de polivinilo, ácidos policarboxílicos y sales de los mismos, poliaminoácidos, poliamidas, gelatinas, metilcelulosas, carboximetilcelulosas y sales de las mismas, dextrinas, etilcelulosas, hidroxietilcelulosas, hidroxipropilmetilcelulosas, maltodextrinas, polimetacrilatos y combinaciones de cualquiera de los anteriores. Dichos polímeros hidrosolubles, ya sea de PVOH o de otro tipo, están disponibles en el mercado de diversas fuentes.

Los usos particularmente adecuados de otros polímeros hidrosolubles se tratan en el documento US682159 B1, col. 3, línea 65 a la col. 4, línea 56.

PLASTIFICANTES

El plastificante puede incluir, aunque sin limitación, glicerol, diglicerol, sorbitol, etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, dipropilenglicol, tetraetilenglicol, propilenglicol, polietilenglicoles de hasta 400 PM, neopentilglicol, trimetilolpropano, poliéter polioles, sorbitol, 2-metil-1,3-propanodiol (por ejemplo, MP Diol®), etanolaminas y una mezcla de los mismos. El plastificante se puede seleccionar entre glicerol, sorbitol, trietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, 2-metil-1,3-propanodiol, trimetilolpropano o una combinación de los mismos. En un tipo de realización, el plastificante incluye glicerol, sorbitol y 2-metil-1,3-propanodiol. En otro tipo de realización, el plastificante incluye glicerol, sorbitol y trimetilolpropano. La cantidad total de plastificante puede estar en un intervalo de aproximadamente el 10 % en peso a aproximadamente el 45 % en peso o de aproximadamente el 15 % en peso a aproximadamente el 45 % en peso o de aproximadamente el 15 % en peso a aproximadamente el 40 % en peso o de aproximadamente el 20 % en peso a aproximadamente el 30 % en peso, por ejemplo, de aproximadamente el 15 % en peso, el 20 % en peso, el 25 % en peso, el 30 % en peso, el 35 % en peso, el 40 % en peso, basándose en el peso total de la película. Se entiende que "PHR" se refiere a la composición del elemento identificado en partes por cien partes de polímero hidrosoluble (o resina; ya sea de PVOH o de otro tipo) en la película hidrosoluble. Los niveles adecuados de uno o más plastificantes están entre 5 PHR y 50 PHR, tal como 10 PHR y 40 PHR, tal como 20 PHR y 40 PHR.

Por ejemplo, con una combinación de glicerol, sorbitol y 2-metil-1,3-propanodiol, la cantidad total de plastificante puede estar en un intervalo de aproximadamente el 10 % en peso a aproximadamente el 40 % en peso o de aproximadamente el 15 % en peso a aproximadamente el 45 % en peso o de aproximadamente el 20 % en peso a aproximadamente el 30 % en peso o de aproximadamente el 22 % en peso a aproximadamente el 28 % en peso, por ejemplo, el 15 % en peso, el 20 % en peso, el 25 % en peso, el 30 % en peso, el 35 % en peso, el 40 % en peso. Estos intervalos son generalmente más bajos porque dos de los plastificantes (glicerol y 2-metil-1,3-propanodiol) son líquidos a temperatura ambiente y uno (sorbitol) es sólido a temperatura ambiente. Opcionalmente, el glicerol se puede usar en una cantidad de aproximadamente el 2 % en peso a aproximadamente el 25 % en peso o de aproximadamente el 3 % en peso a aproximadamente el 20 % en peso o de aproximadamente el 4 % en peso a aproximadamente el 14 %

- en peso o aproximadamente el 6 % en peso a aproximadamente el 12 % en peso, por ejemplo, aproximadamente el 9 % en peso. Opcionalmente, el sorbitol se puede usar en una cantidad de aproximadamente el 0,1 % en peso a aproximadamente el 20 % en peso o de aproximadamente el 0,5 % en peso a aproximadamente el 15 % en peso o de aproximadamente el 1 % en peso a aproximadamente el 10 % en peso o de aproximadamente el 2 % en peso a aproximadamente el 6 % en peso, por ejemplo, aproximadamente el 3,3 % en peso. Opcionalmente, el 2-metil-1,3-propanodiol se puede usar en una cantidad de aproximadamente el 5 % en peso a aproximadamente el 30 % en peso o de aproximadamente el 10 % en peso a aproximadamente el 22,5 % en peso o de aproximadamente el 12 % en peso a aproximadamente el 18 % en peso, por ejemplo, el 16 % en peso. En otro aspecto, la cantidad de plastificantes se puede caracterizar en PHR. Por lo tanto, por ejemplo, con una combinación de glicerol, sorbitol y 2-metil-1,3-propanodiol (MPD), la cantidad total de plastificante puede ser de al menos 20 PHR o al menos 25 PHR, por ejemplo. La cantidad total de plastificante puede ser de hasta 40 PHR o 45 PHR, por ejemplo. La cantidad total de plastificante puede estar en un intervalo de 20-40 HR, o 25-40 PHR o 25-35 PHR, o 25-30 PHR, por ejemplo. La cantidad total de plastificante puede ser de 34 o 37 PHR.
- 15 En otro ejemplo, dentro de una combinación de glicerol, sorbitol y trimetilolpropano, la cantidad total de plastificante puede estar en un intervalo de aproximadamente el 25 % en peso a aproximadamente el 50 % en peso o de aproximadamente el 30 % en peso a aproximadamente el 45 % en peso o de aproximadamente el 35 % en peso a aproximadamente el 45 % en peso o de aproximadamente el 40 % en peso a aproximadamente el 45 % en peso, por ejemplo, del 35 % en peso, el 40 % en peso, el 42 % en peso, el 45 % en peso, el 47 % en peso, el 50 % en peso.
- 20 Estos intervalos son generalmente más altos porque dos de los plastificantes (sorbitol y TMP) son sólidos a temperatura ambiente y uno (glicerol) es líquido. Opcionalmente, el glicerol se puede usar en una cantidad de aproximadamente el 5 % en peso a aproximadamente el 40 % en peso o del 10 % en peso a aproximadamente el 35 % en peso o de aproximadamente el 15 % en peso a aproximadamente el 30 % en peso, por ejemplo, aproximadamente el 20 % en peso. Opcionalmente, el sorbitol se puede utilizar en una cantidad de aproximadamente el 1 % en peso a aproximadamente el 20 % en peso o de aproximadamente el 3 % en peso a aproximadamente el 20 % en peso o de aproximadamente el 5 % en peso a aproximadamente el 15 % en peso, por ejemplo el 10 % en peso. Opcionalmente, el trimetilolpropano se puede usar en una cantidad de aproximadamente el 1 % en peso a aproximadamente el 25 % en peso o de aproximadamente el 2 % en peso a aproximadamente el 20 % en peso o de aproximadamente el 5 % en peso a aproximadamente el 15 % en peso, por ejemplo, aproximadamente el 10 % en peso.
- 30 En otro aspecto, la cantidad de plastificantes se puede caracterizar en PHR. Por lo tanto, por ejemplo, con una combinación de glicerol, sorbitol y trimetilolpropano (TMP), la cantidad total de plastificante puede ser de al menos 30 PHR o al menos 35 PHR, por ejemplo. La cantidad total de plastificante puede ser de hasta 40 PHR o 45 PHR o 50 PHR, por ejemplo. La cantidad total de plastificante puede estar en un intervalo de 30-50 PHR, aproximadamente 32,5 PH a aproximadamente 42,5 PHR o 35-45 PHR o 35-40 PHR o más de 30 PHR y menos de 45 PHR o de 40 PHR a 50 PHR, por ejemplo. La cantidad total de plastificante puede ser de 34 o 37,5 PHR.

Los niveles de plastificante consistentes con los de los ejemplos descritos en el presente documento se contemplan específicamente como niveles representativos para formulaciones de película con varios de los otros ingredientes descritos en el presente documento y como varios límites superior e inferior para intervalos. Las cantidades específicas de plastificantes se pueden seleccionar en una realización particular en función de los factores descritos en el presente documento, incluyendo la flexibilidad deseada de la película y las características de conversión de la película hidrosoluble. A niveles bajos de plastificante, las películas pueden volverse frágiles, difíciles de procesar o propensas a romperse. A niveles elevados de plastificante, las películas pueden ser demasiado blandas, débiles o difíciles de procesar para un uso deseado.

Un plastificante es un líquido, sólido o semisólido que se añade a un material (generalmente una resina o elastómero) haciendo que ese material sea más blando, más flexible (al disminuir la temperatura de transición vítrea del polímero) y más fácil de procesar. Como alternativa, un polímero puede plastificarse internamente modificando químicamente el polímero o monómero. Además o como alternativa, un polímero puede plastificarse externamente mediante la adición de un agente plastificante adecuado. La combinación de plastificantes para la película descrita en el presente documento incluye glicerol como primer plastificante, un alcohol de azúcar como segundo plastificante y un poliol como tercer plastificante que es diferente del primer plastificante y del segundo plastificante.

Como se usa en el presente documento y a menos que se especifique lo contrario, el término "PHR" se refiere a la composición del elemento identificado en partes por cien partes de polímero hidrosoluble (o resina; ya sea de PVOH o de otro tipo) en la película hidrosoluble.

En algunas realizaciones, la película hidrosoluble puede incluir al menos un plastificante (por ejemplo, como segundo plastificante, el tercer plastificante u otro) que es generalmente sólido a temperatura ambiente y/o a temperaturas de almacenamiento o transporte de uso común, por ejemplo, un plastificante que es sólido en un intervalo de aproximadamente 10 °C o 20 °C a aproximadamente 30 °C, 40 °C o 50 °C y/o tiene un punto de fusión por encima de dicho intervalo (por ejemplo, un punto de fusión por debajo de la temperatura común del proceso de formación de la película, tal como fundición, pero por encima de las temperaturas de almacenamiento, transporte o uso común). Los ejemplos de tales plastificantes sólidos incluyen sorbitol (punto de fusión 95 °C) y trimetilolpropano (punto de fusión 58 °C). Adicionalmente o como alternativa, la película hidrosoluble puede incluir al menos un plastificante (por ejemplo, como segundo plastificante, el tercer plastificante, o al contrario) que es generalmente líquido a temperatura ambiente

y/o a temperaturas de almacenamiento o transporte de uso común, por ejemplo, que es líquido en un intervalo de aproximadamente 10 °C o 20 °C a aproximadamente 30 °C, 40 °C o 50 °C y/o tiene un punto de fusión por debajo de dicho intervalo.

5 CARGA ANTIBLOQUEO

El SiO₂ ayuda a proporcionar un COF bajo para la convertibilidad y, opcionalmente, ayuda en la reducción de residuos. A medida que la concentración de carga antibloqueo (por ejemplo, SiO₂) se acerca a 0, la tendencia será que aumente la fuerza de bloqueo (es decir, la fuerza para separar una capa de película de la otra en un rollo). Un nivel mínimo de carga antibloqueo (por ejemplo, SiO₂) está contemplado y, por encima de una cierta concentración, se limitará si se reduce más la fuerza de bloqueo proporcionada por la carga antibloqueo (por ejemplo, SiO₂). Dicho de otra manera, la disminución de la fuerza de bloqueo con niveles adicionales generalmente tendrá "forma de S invertida", como se ilustra en la Figura 1.

15 La carga antibloqueo (por ejemplo, SiO₂) puede estar presente en la película en una cantidad de al menos 0,1 PHR o al menos 0,5 PHR o al menos 1 PHR o en un intervalo de aproximadamente 0,1 a 3,0 PHR o de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 2,0 PHR o de aproximadamente 0,4 a 1,0 PHR o de 0,5 a 0,9 PHR o de 0,5 a 2 PHR o de 0,5 a 1,5 PHR o de 0,1 a 1,2 PHR o de 0,1 a 2,7 PHR, por ejemplo 0,5 PHR, 0,6 PHR, 0,7 PHR, 0,8 PHR o 0,9 PHR. Sin pretender quedar ligados a teoría particular alguna, se cree que la reducción en el bloqueo proporcionado por la carga antibloqueo 0,5 PHR (por ejemplo, SiO₂) no será lineal; por ejemplo, la disminución del bloqueo de 0,5 a 1,0 será una disminución mayor que la disminución de 1,0 a 1,5. Es fácil ver que en algún momento si la carga antibloqueo (por ejemplo, SiO₂) aumenta lo suficiente, no habrá suficiente resina de PVOH para unir las partículas.

25 Además del dióxido de silicio/silice, el carbonato de calcio y el talco se contemplan para su uso como agentes antibloqueo/carga. Un tamaño medio de partícula adecuado para el antibloqueo/carga incluye un tamaño medio en un intervalo de aproximadamente 3 o de aproximadamente 4 micrómetros a aproximadamente 11 micrómetros o de aproximadamente 4 a aproximadamente 8 micrómetros o de aproximadamente 5 a aproximadamente 6 micrómetros, por ejemplo 5, 6, 7, 8 u 8 micrómetros. Un SiO₂ adecuado es una sílice amorfa sintética sin tratar diseñada para su uso en sistemas acuosos. Los agentes adicionales conocidos en la técnica para su uso en películas de alcohol polivinílico como agentes antibloqueo y cargas incluyen almidones, almidones modificados, polivinilpirrolidona reticulada, celulosa reticulada, celulosa microcristalina, óxidos metálicos y mica.

MODIFICADOR DE LIBERACIÓN

35 Sin pretender quedar ligados a teoría particular alguna, se cree que el ácido esteárico funciona eficazmente como modificador de la liberación por una o más de las siguientes razones: (a) tiene un punto de fusión por debajo del punto de ebullición del agua que se utiliza para crear la solución de fundición de resina de PVOH y aditivos; por lo tanto, se prefieren particularmente los ácidos con puntos de fusión por debajo de aproximadamente 90 °C; (b) tiene una cadena de alquilo suficientemente larga que puede ser efectivamente una sustancia "cérea" que ayuda a reducir el bloqueo y reducir el COF; (c) tiene un punto de fusión lo suficientemente alto que está muy por encima de las temperaturas más altas típicas que las películas hidrosolubles ven durante el transporte y el almacenamiento, por ejemplo, a los convertidores de película para hacer bolsas, y luego de los convertidores de película a los consumidores como productos finales (por ejemplo, hasta 70 °C en situaciones extremas, aunque más normalmente como máximo 50 °C o 40 °C; por consiguiente, se contemplan ácidos con puntos de fusión por encima de aproximadamente 50 °C o por encima de aproximadamente 60 °C o por encima de aproximadamente 70 °C. Por lo tanto, se contemplan los ácidos cerosos que tienen puntos de fusión en un intervalo de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 90 °C o de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 90 °C o de aproximadamente 70 °C a aproximadamente 90 °C.

50 También se contemplan los ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos, amidas de ácidos grasos, versiones lineales o ramificadas de cualquiera de los anteriores, versiones saturadas o no saturadas de cualquiera de los anteriores, versiones sustituidas o no sustituidas de cualquiera de los anteriores, particularmente aquellos con puntos de fusión por encima de aproximadamente 50 °C o por encima de aproximadamente 60 °C o por encima de aproximadamente 70 °C o en un intervalo de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 90 °C o de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 90 °C, o aproximadamente 70 °C a aproximadamente 90 °C, y combinaciones de cualquiera de los anteriores. También se contemplan sales de ácidos grasos que tienen puntos de fusión por encima de aproximadamente 50 °C o por encima de aproximadamente 60 °C o por encima de aproximadamente 70 °C o en un intervalo de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 90 °C o de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 90 °C o de aproximadamente 70 °C a aproximadamente 90 °C, y combinaciones de cualquiera de los anteriores. También se contemplan los acetatos de aminas grasas y los alcoholes grasos que tienen puntos de fusión por encima de aproximadamente 50 °C o por encima de aproximadamente 60 °C o por encima de aproximadamente 70 °C o en un intervalo de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 90 °C o de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 90 °C o de aproximadamente 70 °C a aproximadamente 90 °C, y combinaciones de cualquiera de los anteriores, por ejemplo, acetato de amina de sebo hidrogenado. Se contemplan combinaciones de uno o más modificadores de liberación para su uso en la película.

65 Se contemplan particularmente uno o más compuestos seleccionados del grupo que consiste en ácido dodecanoico

(PF 44 °C), ácido tridecanoico (PF 45 °C), ácido tetradecanoico (PF 54 °C), ácido pentadecanoico (PF 43 °C), ácido hexadecanoico (PF 63 °C), ácido heptadecanoico (PF 63 °C), ácido octadecanoico/esteárico (PF 70 °C), ácido nonadecanoico (PF 69 °C), ácido eicosanoico (PF 77 °C), ácido heneicosanoico (PF 82 °C), ácido docosanoico (PF 81 °C), ácidotricosanoico (PF 79 °C), ácido tetracosanoico (PF 88 °C), ácido pentacosanoico (PF 84 °C), ácido hexacosanoico (PF 88 °C), ácido heptacosanoico (PF 82 °C), ácido octacosanoico (PF 90 °C), ácido nonacosanoico (PF 90 °C), ácido triacontanoico (PF 94 °C), éster metílico del ácido eicosanoico (PF 46 °C), éster metílico del ácido heneicosanoico (PF 49 °C), éster metílico del ácido docosanoico (PF 54 °C), éster metílico del ácidotricosanoico (PF 53 °C), éster metílico del ácido tetracosanoico (PF 60 °C), éster metílico del ácido pentacosanoico (PF 61 °C), éster metílico del ácido hexacosanoico (PF 64 °C), éster metílico del ácido heptacosanoico (PF 64 °C), éster metílico del ácido octacosanoico (PF 67 °C), éster metílico del ácido nonacosanoico (PF 69 °C), ácido triacontanoico (PF 72 °C), y particularmente aquellos que tienen un punto de fusión en un intervalo de 60 °C a 80 °C.

El ácido esteárico en particular no es hidrosoluble, pero se funde por debajo de 100 °C para permitir que se funda y se mezcle en la solución acuosa que se colará para ayudar a proporcionar beneficios que incluyen, entre otros, la convertibilidad de la película, resistencia al agua superficial a corto plazo y características antibloqueo.

Una concentración óptima para el modificador de liberación (por ejemplo, ácido esteárico) puede, en algunas realizaciones, depender del método de convertir la película en una bolsa. Si la película se convierte en una bolsa mediante termosellado, entonces podría tolerar fácilmente una mayor carga de modificador de liberación (por ejemplo, ácido esteárico) que si el sello de la bolsa fuera un sello de solvente (por ejemplo, sello de agua). Esto se debe a que el sello térmico se forma a partir de la fusión del PVOH derretido y se ve más afectado por la mayor parte de las propiedades de la película que solo por la superficie de la película, donde el modificador de liberación (por ejemplo, ácido esteárico) puede concentrarse en algunas realizaciones. Si el modificador de liberación (por ejemplo, ácido esteárico) se encuentra preferentemente en la superficie, entonces el agua no disolverá el ácido esteárico; por lo tanto, el PVOH no se solubilizará fácilmente para formar un buen sello. Sin desear quedar limitado por teoría particular alguna, se cree que con algunos modificadores de liberación, por ejemplo, ácido esteárico, el lado del aire de la película (en contraste con el lado de la banda de la película) será más rico en modificador de liberación. Esta falta de homogeneidad puede ser ventajosa en algunas realizaciones, como lo haría para un mejor sellado de la película en los lados/superficies de banda a banda de la película, mientras que los lados/superficies al aire, que podrían formar el exterior de la bolsa y, por lo tanto, estaría expuesto al agua a granel, serían menos solubles.

Como se usa en el presente documento y a menos que se especifique lo contrario, el término "PHR" se refiere a la composición del elemento identificado en partes por cien partes de polímero hidrosoluble (o resina; ya sea de PVOH o de otro tipo) en la película hidrosoluble. En general, el modificador de liberación (por ejemplo, ácido esteárico) puede estar presente en la película en una cantidad de al menos 0,1 PHR o al menos 0,5 PHR o al menos 1 PHR o en un intervalo de aproximadamente 0,1 a 3,0 PHR o de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 2,0 PHR o aproximadamente 0,4 a 1,0 PHR o aproximadamente 0,5 a aproximadamente 0,9 PHR o aproximadamente 1,0 a 1,5 PHR o aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2 PHR o aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1,5 PHR o aproximadamente 0,1 a 1,2 PHR, por ejemplo 0,5 PHR, 0,6 PHR, 0,7 PHR, 0,8 PHR, 0,9 PHR, 1,0 PHR, 1,1 PHR, 1,2 PHR, 1,3 PHR, 1,4 PHR o 1,5 PHR.

Los expertos en la técnica apreciarán fácilmente que a medida que aumentan los niveles de plastificante, disminuyen las propiedades mecánicas de la película resultante, y la película se disolverá más rápidamente. Por lo tanto, se contempla que el nivel óptimo del modificador de liberación (por ejemplo, ácido esteárico), en algunas realizaciones, está relacionado con la concentración de plastificante en la película. A niveles más bajos de plastificantes, la película es menos soluble, en consecuencia, puede ser necesario un nivel más bajo de modificador de liberación (por ejemplo, ácido esteárico). Por el contrario, a medida que se agrega más plastificante a la película, la película tiende a disolverse más fácilmente y también la fuerza de bloqueo tiende a aumentar; por consiguiente, una mayor carga tanto de la carga antibloqueo (por ejemplo, SiO₂) y un modificador de liberación (por ejemplo, ácido esteárico) podrían ser necesarios para lograr el mejor rendimiento.

Por lo tanto, por ejemplo, la proporción de modificador de liberación (por ejemplo, ácido esteárico) a plastificantes totales puede estar en un intervalo de aproximadamente 1:20 a aproximadamente 1:40 o de aproximadamente 1:28 a aproximadamente 1:40, por ejemplo, 1:31, 1:32, 1:33, 1:34, 1:35 o 1:36 en peso. En otro tipo de realización, la relación puede estar en un intervalo de 1:20 a 1:36, por ejemplo.

INGREDIENTES AUXILIARES DE LA PELÍCULA

La película hidrosoluble puede contener otros agentes auxiliares y agentes de procesamiento, tal como, aunque sin limitación, compatibilizadores de plastificantes, tensioactivos, lubricantes, agentes de liberación, cargas, expansores, agentes de reticulación, agentes antibloqueo, antioxidantes, agentes antipegajosidad, antiespumantes (desespumantes), nanopartículas tales como nanoarcillas de tipo silicato estratificado (por ejemplo, montmorillonita de sodio), agentes blanqueadores (por ejemplo, metabisulfito de sodio, bisulfito de sodio u otros), agentes aversivos tales como compuestos amargos (por ejemplo, sales de denatonio tales como benzoato de denatonio, sacárido de denatonio y cloruro de denatonio; octaacetato de sacarosa; quinina; flavonoides tales como quercetina y naringeno; y cuasinoides tales como cuasina y brucina) y compuestos pungentes (por ejemplo, capsaicina, piperina, isotiocianato

de alilo y resinferatoxina) y otros ingredientes funcionales, en cantidades adecuadas a sus fines previstos. Se prefieren las realizaciones que incluyen plastificantes. La cantidad de dichos agentes puede ser de hasta aproximadamente el 50 % en peso, el 20 % en peso, el 15 % en peso, el 10 % en peso, el 5 % en peso, el 4 % en peso y/o al menos el 0,01 % en peso, el 0,1 % en peso, el 1 % en peso o el 5 % en peso, individualmente o colectivamente.

5 Los tensioactivos adecuados pueden incluir las clases de no iónicos, catiónicos, aniónicos y zwitteriónicos. Los tensioactivos adecuados incluyen, aunque sin limitación, polioxipropilenglicoles polioxietilenados, etoxilatos de alcohol, etoxilados de fenol alquilado, glicoles acetilénicos terciarios y alcanolamidas (no iónicos), aminas polioxietilenadas, sales de amonio cuaternario y aminas polioxietilenadas cuaternizadas (catiónicas), y óxidos de amina, N-alquilbetainas y sulfobetainas (zwitteriónicos). Otros tensioactivos adecuados incluyen sulfosuccinato de dioctil sodio, ésteres de ácidos grasos lactilados de glicerol y propilenglicol, ésteres lactílicos de ácidos grasos, alquil sulfatos de sodio, polisorbato 20, polisorbato 60, polisorbato 65, polisorbato 80, lecitina, ésteres de ácidos grasos acetilados de glicerol y propilenglicol, y ésteres acetilados de ácidos grasos y combinaciones de los mismos. En diversas realizaciones, la cantidad de tensioactivo en la película hidrosoluble está en un intervalo de aproximadamente el 0,1 % en peso al 2,5 % en peso, opcionalmente, de aproximadamente el 1,0 % en peso al 2,0 % en peso.

Los agentes aversivos adecuados incluyen benzoato de denatonio y/o un derivado del mismo. El agente aversivo se puede mezclar con el material polimérico y/u otros auxiliares antes de fabricar la película (por ejemplo, antes de moldear o extruir la película). Como alternativa o adicionalmente, el agente aversivo se puede añadir a la película o a la bolsa una vez formada, por ejemplo, añadido mediante espolvoreado, impresión, rociado o recubrimiento de otro modo.

HUMEDAD RESIDUAL

25 La película hidrosoluble puede tener adicionalmente un contenido de humedad residual de al menos el 4 % en peso, por ejemplo, en un intervalo de aproximadamente el 4 a aproximadamente el 10 % en peso, medido por titulación de Karl Fischer.

SOLUBILIDAD EN AGUA FRÍA

30 Como se ha señalado anteriormente, las presentes películas y artículos fabricados a partir de la misma son especialmente adecuados para la disolución en agua fría y, por tanto, proporcionan beneficios en los lavados en agua fría (por ejemplo, de aproximadamente 1 °C a aproximadamente 30 °C, o de aproximadamente 5 °C a aproximadamente 20 °C).

RESTO

La película hidrosoluble se caracteriza por un valor residual medido por el Ensayo de Cámara de Disolución. La película hidrosoluble se mide mediante el Ensayo en Cámara de Disolución como película no expuesta y como película expuesta durante 7 días a una composición de detergente líquido de la Tabla 1 a 38 °C. El cambio en los resultados del Ensayo en Cámara de Disolución debe estar dentro de ± 5 puntos porcentuales para lograr la tolerancia de propiedad física deseada de acuerdo con la presente solicitud. Los resultados del Ensayo en Cámara de Disolución para un rendimiento aceptable deben ser menos del 60 % de residuos, ya sea película no expuesta o película expuesta.

Ensayo en cámara de disolución

El Ensayo en Cámara de Disolución para restos mide la disolución de la película en condiciones estáticas y está impulsada por la difusión. El Ensayo en Cámara de Disolución es, por lo tanto, más representativo de lo bien que se disolvería una película en condiciones estáticas, tal como una bolsa de detergente para ropa que queda atrapada entre los pliegues de la tela durante un ciclo de lavado.

Una película hidrosoluble que se caracteriza por, o que ha de someterse a ensayo para determinar el residuo no disuelto de acuerdo con el Ensayo de Cámara de Disolución (CD), se analiza de la siguiente manera usando los siguientes materiales:

1. Vaso de precipitados (4000 ml);
2. Arandelas de acero inoxidable (88,9 mm (3,5") de diámetro exterior, 47,6 mm de DI (1,875"), 3,18 mm (0,125") de espesor;
3. Juntas de goma de estireno-butadieno (85,7 mm (3,375") de diámetro exterior, 48,5 mm de DI (1,91"), 3,18 mm de espesor (0,125"));
4. Tamices de acero inoxidable (76,2 mm (3,0") de DE, malla de 200 x 200, 0,053 mm (0,0021") de DE del alambre, tela metálica de acero inoxidable 304SS);
5. Termómetro (0 °C a 100 °C, con una precisión de +/-1 °C);
6. Troquel de corte (38,1 mm (1,5") de diámetro);
7. Temporizador (con precisión de segundos);

8. Agua de ósmosis inversa (OI);
9. Pinzas abatibles (tamaño n.º 5 o equivalente);
10. Recipientes de aluminio (50,8 mm (2,0") de diámetro exterior); y
11. Aparato de ultrasonidos.

5

Para cada película que ha de someterse a ensayo, se cortan tres muestras de ensayo de una película de ensayo seleccionada con un espesor de $76,2 \pm 2,5 \mu\text{m}$ (o $3,0 \pm 0,10$ mil) usando el troquel de corte. Si se corta de una banda de película fabricada mediante un proceso continuo, las muestras de ensayo deben cortarse de áreas de la banda espaciadas uniformemente a lo largo de la dirección transversal de la banda (es decir, perpendicular a la dirección de la máquina). Después, cada muestra de ensayo se analiza usando el siguiente procedimiento:

10

1. Pesar la muestra de ensayo de película y seguir la muestra de ensayo a través del ensayo. Registrar el peso inicial de la película (F_0).

15

2. Pesar un conjunto de dos tamices limpios y secos sometidos a ultrasonidos para cada muestra y realizar un seguimiento a lo largo del ensayo. Registrar los pesos iniciales de los tamices (colectivamente S_0 para los dos tamices combinados).

20

3. Montar una cámara de disolución de muestra de ensayo intercalando de forma plana la muestra de ensayo de película entre el centro de los dos tamices, seguido de las dos juntas de goma (una junta en cada lado entre el tamiz y la arandela) y después las dos arandelas.

4. Asegurar el conjunto de la cámara de disolución con cuatro pinzas abatibles espaciadas uniformemente alrededor de las arandelas y las pinzas plegadas hacia atrás desde los tamices.

5. Llenar el vaso de precipitados con 1500 ml de agua de ósmosis inversa a temperatura ambiente del laboratorio ($72 \pm 3 \text{ }^\circ\text{F}$, $22 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$) y registrar la temperatura ambiente.

25

6. Ajustar el temporizador a un tiempo de inmersión prescrito de 5 minutos.

7. Colocar el conjunto de la cámara de disolución en el vaso de precipitados e iniciar inmediatamente el temporizador, insertando el conjunto de la cámara de disolución con un ángulo de entrada de aproximadamente 45 grados en la superficie del agua. Este ángulo de entrada ayuda a retirar las burbujas de aire de la cámara. El conjunto de la cámara de disolución se apoya en el fondo del vaso de precipitados de manera que la película de muestra de ensayo se ubica horizontalmente a aproximadamente 10 mm desde el fondo. Las cuatro pinzas abatibles plegadas hacia atrás del conjunto de la cámara de disolución son adecuadas para mantener la distancia de aproximadamente 10 mm de la película con respecto al fondo del vaso, sin embargo, puede usarse cualquier otro medio de soporte equivalente.

30

8. Cuando transcurre el tiempo de inmersión prescrito de 5 minutos, retirar lentamente el conjunto de la cámara de disolución del vaso de precipitados en un ángulo aproximado de 45 grados.

35

9. Mantener el conjunto de la cámara de disolución en posición horizontal sobre el recipiente de aluminio para recoger cualquier goteo de los tamices y retirar con cuidado las pinzas abatibles, las arandelas y las juntas. No abrir los tamices intercalados.

10. Colocar los tamices intercalados (es decir, tamiz/película no disuelta residual/tamiz) sobre el recipiente de aluminio e introducir en un horno a $100 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 30 minutos para que se sequen.

40

11. Pesar el conjunto seco de tamices intercalados incluyendo cualquier película no disuelta residual en los mismos. Medir y añadir a este peso de los tamices secos cualquier goteo de película seca capturado en el recipiente y recuperado del mismo (por ejemplo, raspando) cuando el conjunto de la cámara de disolución se retiró en primer lugar del vaso de precipitados y durante el seco. Registrar el peso final de los tamices intercalados (colectivamente S_f , incluyendo los goteos de película seca).

45

12. Calcular el % de residuo ("resto de CD") que queda para la muestra de película: % de Residuo de CD = $100 \times ((S_f - S_0)/F_0)$.

13. Limpiar los tamices intercalados sumergiéndolos en un vaso de precipitados con agua de OI durante aproximadamente 20 minutos. Después, desmontarlos y realizar un aclarado final en el aparato de ultrasonidos (encendido y llenado con agua OI) durante al menos 5 minutos o hasta que no haya residuo visible en los tamices.

50

A menos que se describa explícitamente lo contrario, todos los resultados descritos en el presente documento son representativos de los tiempos de restos de CD para un tiempo de disolución de 5 minutos, es decir, resto de CD (5 min).

55 **Ensayo de disolución y desintegración (MSTM 205)**

Una película se puede caracterizar o probar para el tiempo de disolución y el tiempo de desintegración según el método de ensayo MonoSol 205 (MSTM 205), un método conocido en la técnica y tratado en el documento US20160024446.

60 **Aparatos y Materiales:**

1. Vaso de precipitados de 600 ml
2. Agitador magnético (Labline Model N.º. 1250 o equivalente)
3. Varilla de agitación magnética (5 cm)
4. Termómetro (0 a $100 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$)
5. Molde, acero inoxidable (3,8 cm x 3,2 cm)

65

6. Temporizador (0 - 300 segundos, precisión de segundos)
7. Marco deslizante Polaroid de 35 mm (o equivalente)
8. Soporte de marco deslizante MonoSol de 35 mm (o equivalente)
9. Agua destilada

5

Para cada película que ha de someterse a ensayo, se cortan tres muestras de ensayo de una muestra de película utilizando una plantilla de acero inoxidable (es decir, un espécimen de 3,8 cm x 3,2 cm). Si se corta de un velo de película, las muestras deben ser cortadas de áreas del velo espaciadas uniformemente a lo largo de la dirección transversal del velo. Después, cada muestra de ensayo se analiza usando el siguiente procedimiento.

10

1. Bloquear cada muestra en un marco deslizante de 35 mm separado.
2. Llenar el vaso de precipitados con 500 ml de agua destilada. Medir la temperatura del agua con un termómetro y, en caso necesario, calentar o enfriar el agua para mantener la temperatura a 20 °C (de aproximadamente 68 °F).
3. Marcar la altura de la columna de agua. Colocar el agitador magnético en la base del soporte. Colocar el vaso de precipitados en el agitador magnético, añadir la varilla de agitación magnética al vaso de precipitados, encender el agitador y ajustar la velocidad de agitación hasta que se desarrolle un vórtice que sea aproximadamente una quinta parte de la altura de la columna de agua. Marcar la profundidad del vórtice.
4. Fijar el marco deslizante de 35 mm en la abrazadera alligator del marco deslizante MonoSol de 35 mm de modo que el extremo largo del marco deslizante quede paralelo a la superficie del agua. El ajustador de profundidad del soporte debe ajustarse de modo que cuando se caiga, el extremo de la abrazadera estará 0,6 cm por debajo de la superficie del agua. Uno de los lados cortos del marco deslizante debe estar al lado del vaso de precipitados y el otro debe colocarse directamente sobre el centro de la varilla agitadora de modo que la superficie de la película quede perpendicular al flujo del agua.
5. En un movimiento, soltar el deslizante asegurado y la abrazadera en el agua e iniciar el temporizador. La desintegración se produce cuando la película se rompe. Cuando toda la película visible se libera del marco deslizante, sacar el deslizante del agua mientras se sigue controlando la solución en busca de fragmentos de película no disueltos. La disolución se produce cuando todos los fragmentos de la película ya no son visibles y la solución se vuelve transparente.

30 Los resultados deben incluir lo siguiente: identificación completa de la muestra; tiempos de desintegración y disolución individuales y medios; y la temperatura del agua a la que se analizaron las muestras.

Los tiempos de desintegración de la película (I) y los tiempos de disolución de la película (I) se pueden corregir a un espesor de película estándar o de referencia utilizando los algoritmos exponenciales que se muestran a continuación en la Ecuación 1 y la Ecuación 2, respectivamente.

35

$$I_{\text{corregido}} = I_{\text{medido}} \times (\text{espesor de referencia/espesor medido})^{1,93} \quad [1]$$

$$S_{\text{corregido}} = S_{\text{medido}} \times (\text{espesor de referencia/espesor medido})^{1,83} \quad [2]$$

40

PROPIEDADES MECÁNICAS

Ensayo de resistencia de la bolsa

45 Para medir la resistencia de la bolsa, use un dispositivo de resistencia de bolsa como el que se muestra en la Fig. 2, tal como un instrumento de prueba de materiales universales Instron (Instron Industrial Products, 825 University Ave., Norwood, MA 02062-2643) con una celda de carga de un máximo de 100 kN (kiloNewton) con un paquete preformado de la película descrita anteriormente con una composición detergente contenida en el paquete. Bolsas hidrosolubles de múltiples compartimentos de la misma forma que el producto Ariel® 3-in-1 Pods de The Procter & Gamble Company, como disponible comercialmente en el Reino Unido en abril de 2016, se fabricaron en un convertidor de un carril mediante termoformación al vacío, que incluía el precalentamiento de una primera película hidrosoluble (descrita en las tablas 1 y 2) a 120 °C, seguido de estiramiento de la primera película en una cavidad de aproximadamente 20 mm de profundidad con vacío (20 KPa (220 mbar)). Los compartimentos inferiores se llenaron con aproximadamente 25 ml de un detergente líquido como el producto Ariel® 3 en 1 de The Procter & Gamble Company, tal como se comercializó en el Reino Unido en abril de 2016 y, en consecuencia, los compartimentos llenos se cerraron mediante sellado con disolvente mediante la aplicación de agua en la película inferior de los compartimentos superiores preparados por separado. Los compartimentos superiores se prepararon en un tambor rotatorio introduciendo una segunda película hidrosoluble precalentada (120 °C) en una cavidad mediante vacío (20 KPa (220 mbar)), llenando los compartimentos y cerrando los compartimentos superiores abiertos llenos con una tercera película hidrosoluble mediante sellado con disolvente con agua. La tercera película hidrosoluble termina como la película del medio en el producto de bolsa multicompartmental superpuesto final. El preacondicionamiento del material (al menos 1 hora) y la fabricación de la bolsa se realizaron en una estancia con una humedad relativa del 35 % y de 22-24 °C.

55

60

65 Ese paquete 110 que comprende la película descrita en el presente documento está encerrado en una bolsa 100 de plástico sin aire (150 mm por 124 mm con cierre, 60 micrómetros de espesor, por ejemplo, Raja grip RGP6B) para evitar la contaminación del entorno de trabajo al romperse la bolsa y se almacena entre 40-50 % de HR y 22-24 °C)

durante un día o menos antes de la medición.

A través de la compresión del paquete formado, la resistencia total (en Newtons) del paquete se mide ejerciendo presión sobre la película exterior y las regiones de sellado del paquete. La resistencia de la bolsa (en Newtons) se define como la carga máxima que una bolsa puede soportar antes de que el paquete tenga una falla estructural (por ejemplo, se rompa) liberando el contenido interno. Después de encerrar en la bolsa 100 de plástico sin aire, el paquete 110 se centra entre dos placas de compresión 120, 130 del instrumento. El paquete 110 se coloca en posición vertical, de modo que la dimensión del sello de ancho 140 (43 mm en las bolsas reales probadas) esté entre las placas de compresión de modo que la tensión se aplique en el sello de ancho. Para la compresión, la velocidad de la placa 120, 130 se fija en 60 mm/min. Ante una falla estructural del paquete, el instrumento registra automáticamente el valor de la resistencia de la bolsa (es decir, la fuerza a la que falla el paquete). Se realizan diez repeticiones por paso de ensayo y se informan los datos de resistencia promedio de la bolsa.

Ensayo de resistencia a la tracción y ensayo del módulo (ASTM D 882)

Una película que se caracteriza por, o que ha de someterse a ensayo para determinar la resistencia a la tracción de acuerdo con el Ensayo de Resistencia a la Tracción y para determinar el módulo (o tensión de tracción) de acuerdo con el Ensayo de Módulo se analiza como se indica a continuación. El procedimiento incluye la determinación de la resistencia a la tracción y la determinación del módulo al 10 % de alargamiento de acuerdo con la norma ASTM D 882 ("Método de Ensayo de Referencia para Propiedades de Tracción de Láminas de Plástico Delgadas") o equivalente. Se usa un aparato de ensayo de tracción INSTRON® (Tensile Tester Modelo 5544 o equivalente) para la recopilación de datos de la película. Se somete a ensayo un mínimo de tres muestras de ensayo, cada una cortada con herramientas de corte fiables para garantizar la estabilidad dimensional y la reproducibilidad, en la dirección de la máquina (DM) (si procede) para cada medición. Los ensayos se realizan en una atmósfera de laboratorio convencional de $23 \pm 2,0$ °C y 35 ± 5 % de humedad relativa. Para la determinación de la resistencia a la tracción o el módulo, se preparan muestras de 2,54 cm (1") de ancho de una única película que tiene un espesor de $76,2 \pm 3,8$ µm (o $3,0 \pm 0,15$ mil). Después, la muestra se transfiere a la máquina de ensayos de tracción INSTRON® para proceder a los ensayos minimizando la exposición en el entorno de humedad relativa del 35 %. La máquina de ensayos de tracción se prepara de acuerdo con las instrucciones del fabricante, equipada con una célula de carga de 500 N, y se calibra. Se ajustan las sujeciones y las caras correctas (las empuñaduras INSTRON® tienen el número de modelo 2702-032 caras, que están recubiertas de goma y tienen 25 mm de ancho o equivalente). Las muestras se montan en la máquina de ensayos de tracción y se analizan para determinar el módulo al 10 % (es decir, la tensión necesaria para conseguir el alargamiento del 10 % de la película) y la resistencia a la tracción (es decir, la tensión necesaria para romper la película).

El comportamiento adecuado de las películas según la descripción está marcado por los valores de Resistencia a la tracción medidos por el Ensayo de Resistencia a la tracción que no difieren mucho después de 7 días de exposición a la composición detergente líquida de la Tabla 1 a 38 °C. En general, son deseables valores de resistencia a la tracción más altos porque corresponden a sellados de bolsa más fuertes cuando la película es el elemento limitante o más débil de un sellado. En diversas realizaciones, el cambio en los valores de resistencia a la tracción de la película cambia menos de ± 2 cuando la película hidrosoluble se expone a composiciones detergentes líquidas. Los valores de resistencia a la tracción deben ser superiores a 25 MPa para películas expuestas y no expuestas.

El comportamiento adecuado de las películas de acuerdo con la divulgación está marcado por módulos al 10 % de valores de al menos aproximadamente 5 N/mm² medido mediante el ensayo del módulo. En general, son deseables valores más altos de módulo al 10 % desde la perspectiva de proporcionar bolsas que tengan una mayor rigidez y una menor probabilidad de deformarse y pegarse entre sí cuando se cargan una encima de otra durante la producción. En diversas realizaciones, la película tiene un módulo al 10 % del valor de al menos aproximadamente 5 N/mm² y/o hasta aproximadamente 80 N/mm² o 100 N/mm² (por ejemplo, aproximadamente 5, aproximadamente 10, aproximadamente 20, aproximadamente 30, aproximadamente 40, aproximadamente 50, aproximadamente 60, aproximadamente 70, aproximadamente 80, aproximadamente 90 o aproximadamente 100 N/mm²).

Resistencia al desgarro

La resistencia al desgarro (en g/mil, medido a 23 °C) se puede evaluar con un probador de desgarro Elmdorf modelo número 40043 o equivalente. Este método cubre la determinación de la fuerza promedio en gramos por mil de espesor de la muestra requerida para propagar el desgarro a través de una longitud específica de película de alcohol polivinílico (PVOH). La fuerza en gramos necesaria para propagar el desgarro a través de una película se mide utilizando un dispositivo de péndulo calibrado con precisión. Actuando por gravedad, el péndulo se balancea a través de un arco, rasgando la muestra de una hendidura precortada. La muestra se mantiene inmóvil por un lado y por el otro se fija al péndulo. La pérdida de energía de la oscilación del péndulo se indica mediante un puntero en una escala. La indicación de escala es una función de la fuerza requerida para rasgar el espécimen. Este método es valioso para clasificar la resistencia al desgarro relativa de las películas de PVOH. Las películas hidrosolubles se pueden evaluar en un probador de rasgado Elmendorf modelo n.º 40043, en películas preacondicionadas a temperatura (75 °F \pm 5 °F) (de aproximadamente 24 °C) y humedad relativa (35 % \pm 5 %) durante no menos de 8 horas antes de la prueba.

En diversas realizaciones, las películas descritas en el presente documento tendrán una resistencia al desgarro de al menos 1000 g/mil o al menos 1150 g/mil o al menos 1700 g/mil o en un intervalo de 1000 - 2000 g/mil o 1150 a 2000 g/mil o 1700 a 2000 g/mil, por ejemplo.

5 FABRICACIÓN DE BOLSA PARA ENSAYO DE LIBERACIÓN DE LÍQUIDOS

Las bolsas de ensayo de un solo compartimento se pueden fabricar con una máquina de fabricación de muestras de PVA de Cloud Packaging Equipment n.º 3657 y un bloque de cavidades de vasos de ensayo que contiene cuatro cavidades.

10 La forma de la cavidad del molde utilizada para termoformar la película y crear el paquete de ensayo está definida por una pared interior inferior y una pluralidad de paredes laterales interiores verticales. Cuando se ve desde arriba, las paredes laterales interiores verticales definen una forma generalmente rectangular. Un primer par de paredes laterales interiores verticales están separados entre sí por una distancia de 6,3 cm (2,489 pulgadas) y un segundo par de paredes laterales interiores verticales están separados entre sí por una distancia de 4,82 cm (1,899 pulgadas). De forma adicional, la transición entre la pared interior inferior y cada una de las paredes laterales interiores verticales está definida por un radio de curvatura de 0,95 cm (0,375 pulgadas). Asimismo, la transición entre cada pared lateral interior vertical y una pared lateral interior vertical adyacente tendrá un radio de curvatura de 0,95 cm (0,375 pulgadas). Adicionalmente, la cavidad del molde tendrá una profundidad definida por una distancia entre la pared interior inferior y un extremo abierto del molde, igual a 0,95 cm (0,375 pulgadas). Los radios de curvatura permiten que el molde imparta al paquete de película esquinas redondeadas que forman la forma del paquete generalmente rectangular y una transición redondeada a la superficie inferior de la película. Por último, la cavidad tiene orificios a lo largo de la superficie inferior para aspirar la película y empujar la película hacia el molde, de acuerdo con la termoformación al vacío típica y la operación de la máquina para fabricar muestras de PVA n.º 3657.

25 En la práctica, la cavidad del molde (bloque de copa de ensayo) puede incluir múltiples cavidades con formas de cavidad de molde idénticas, para formar múltiples bolsas a la vez. En principio, la cavidad del molde podría incluir múltiples cavidades con diferentes formas de cavidades del molde, para probar diferentes configuraciones donde sustancialmente la única variable es la configuración de la cavidad. Una película base se termoforma en las cavidades del molde. Cada cavidad se llena con 35 ml de la solución problema y luego el mismo tipo de película se alimenta a la máquina para usar como película de tapa. De acuerdo con la operación de la máquina de fabricación de muestras de PVA n.º 3657, la película de material de la tapa se sella luego a la película base usando agua y presión para unir las películas de la base y la tapa aproximadamente las cavidades llenas, y después de sellar las bolsas llenas se dividen cortando la película circundante.

35 La película tendrá un espesor de $76,2 \pm 2,5 \mu\text{m}$ ($3,0 \pm 0,10$ mil). Los parámetros de formación y sellado se tabulan a continuación.

40 Parámetros de formación: Temperatura del calentador - 295 °C (-500 °F); Tiempo de calentamiento - 10 segundos; El vacío aplicado fue de -83 KPa (-24,7 pulgadas de Hg).

45 Parámetros de sellado: Velocidad del rodillo de mecha: 60; Nivel de agua: 60; Velocidad del rodillo impulsor: 57 (todos estos son puntos de referencia sin unidades); Tiempo de conducción del velo: 13 segundos; Tiempo de aplicación de agua: 6 segundos; Tiempo de tensión: 0,1 s; Tiempo de Sellado - 20 s; Presión de sellado de la tapa: 682 KPa (6,8 bar).

SOLUCIÓN PROBLEMA

50 La solución problema (muestra de detergente para ropa) para llenar una bolsa antes de la prueba de liberación de la bolsa se describe en tabla 1 a continuación. Está dentro de los medios del artesano experto formar, llenar y sellar una bolsa en vista de la presente descripción.

Tabla 1

Ingrediente	% en peso de la solución problema
Monoetanolamina	8,57 %
Ácido dodecibencenosulfónico	23,81 %
Ácido oleico	19,05 %
Étoxilato de alcohol laurílico - 7EO	23,81 %
Propilenglicol	9,52 %
Dietilenglicol	9,52 %
Agua	5,71 %

ENSAYO DE LIBERACIÓN DE LÍQUIDOS

Una película y/o bolsa hidrosoluble caracterizada por una solubilidad retardada de acuerdo con la Prueba de liberación de líquido, o que se someterá a prueba, se analiza de la siguiente manera utilizando los siguientes materiales:

- 5 • Vaso de precipitados de 2 l y 1,2 litros de agua desionizada (DI)
- Bolsa hidrosoluble de ensayo (hecha como se describe arriba, usando las descripciones de Fabricación de bolsas y solución problema); la película tiene un espesor de $76,2 \pm 2,5 \mu\text{m}$ ($3,0 \pm 0,10 \text{ mil}$); la bolsa se preacondiciona durante dos semanas a 38°C .
- 10 • Termómetro
- Jaula de alambre
- 15 • Temporizador

Antes de ejecutar el experimento, asegúrese de que haya suficiente agua DI disponible para repetir el experimento cinco veces y asegúrese de que la jaula de alambre y el vaso de precipitados estén limpios y secos.

20 La jaula de estructura de alambre es una jaula de alambre recubierta de plástico (4" x 3,5" x 2,5") (10 cm x 9 cm x 6,4 cm) sin bordes afilados o equivalente. El calibre del alambre debe ser de aproximadamente 1,25 mm y el alambre debe tener aberturas del tamaño de cuadrados de 1,27 cm (0,5 pulgadas). En la Figura 3 se muestra una imagen de ejemplo de una jaula 300 con bolsas 310 de ensayo.

25 Para preparar el ensayo, colocar con cuidado la bolsa hidrosoluble en la jaula sin rayar la bolsa en la jaula y dejando espacio libre para que la bolsa se mueva. No fijar fuertemente la bolsa con la jaula de alambre, mientras se asegura de que esté fija y no se salga de la jaula. La orientación de la bolsa en la jaula debe ser tal que la flotabilidad natural de la bolsa, en su caso, está permitida (es decir, el lado de la bolsa que flotará hacia arriba debe colocarse hacia arriba). Si la bolsa es simétrica, la orientación de la bolsa generalmente no importaría.

30 A continuación, llenar el vaso de precipitados de 2 l con 1200 mililitros de agua DI a 20°C .

A continuación, bajar al agua la jaula de estructura de alambre con la bolsa dentro. Asegurar que la jaula esté a 2,54 cm (1 pulgada) del fondo del vaso de precipitados. Asegurar la inmersión completa de la bolsa por todos lados. Asegurar que la jaula esté estable y no se mueva y poner en marcha un temporizador tan pronto como la bolsa se sumerja en el agua. La posición de la jaula con respecto al agua en el vaso de precipitados se puede ajustar y mantener por cualquier medio adecuado, por ejemplo, mediante el uso de una abrazadera fijada sobre el vaso de precipitados y una varilla unida a la parte superior de la jaula. La abrazadera puede acoplarse a la varilla para fijar la posición de la jaula y la tensión de la abrazadera puede reducirse para bajar la jaula al agua. Se pueden utilizar otros medios de acoplamiento por fricción en lugar de una abrazadera, por ejemplo, un collar con un tornillo de fijación. En la figura 4, un vaso de precipitados 400 que descansa sobre un soporte 410, sosteniendo el soporte una varilla 420 para bajar una jaula (no mostrada) dentro del vaso de precipitados 400, siendo capaz la varilla 420 de mantener una posición vertical fija mediante el uso de un collar 440 que tiene un tornillo de fijación (no mostrado) que se acopla a la varilla 420, por ejemplo, por fricción o por acoplamiento con un orificio (no mostrado) en la varilla 420.

45 La liberación de contenido líquido se define como la primera evidencia visual de que el líquido sale de la bolsa sumergida.

50 Utilizar el temporizador para registrar cuándo se libera el contenido líquido en el agua circundante (Tiempo de Liberación) con un punto de parada de 45 segundos.

Se otorgará una calificación de apta o no apta a cada bolsa. Se recibe una calificación de apta si la bolsa soluble retuvo su líquido durante 30 segundos o más. Se recibe una calificación de no apta si la bolsa soluble no retuvo su líquido durante al menos 30 segundos.

55 Repetir este proceso cinco veces con agua DI nueva y una bolsa hidrosoluble nueva para cada película que se esté sometiendo a ensayo.

60 Se realizan ensayos con un total de 5 bolsas para cada tipo de muestra de película, a menos que se indique lo contrario.

Método de fabricación de la película

65 Como se ha mencionado anteriormente, la divulgación se refiere a la fabricación de películas de alcohol polivinílico y, en particular, a películas fundidas con disolventes. Los procesos para la fundición con disolvente de PVOH son bien conocidos en la técnica. Por ejemplo, en el proceso de formación de película, la(s) resina(s) de alcohol polivinílico y

los aditivos secundarios se disuelven en un disolvente, normalmente agua, para formar una solución de fundición, a continuación, la solución de fundición se dosifica sobre una superficie, después se permite que la solución de fundición se seque sustancialmente (o se seque a la fuerza) para formar una película de fundición y luego la película de fundición resultante se retira de la superficie de fundición. El proceso se puede realizar por lotes y se realiza de manera más eficiente en un proceso continuo.

En la formación de películas continuas de alcohol polivinílico, es la práctica convencional medir una solución de la solución sobre una superficie de fundición en movimiento, por ejemplo, un tambor o cinta de metal en movimiento continuo, haciendo que el disolvente se elimine sustancialmente del líquido, mediante lo cual se forma una película de fundición autoportante y luego se retira la película de fundición resultante de la superficie de fundición.

Opcionalmente, la película hidrosoluble puede ser una película independiente que consista en una capa o una pluralidad de capas similares.

La película hidrosoluble puede comprender un área impresa. El área de impresión puede cubrir una parte ininterrumpida de la película o puede cubrir partes de la misma. El área de impresión puede comprender tintas, pigmentos, colorantes, agentes de azulado o mezclas de los mismos. El área de impresión puede comprender un solo color o puede comprender múltiples colores, tal como 2, 3 o 4 colores. La impresión puede estar presente como una capa sobre la superficie de la película o puede penetrar al menos parcialmente en la película. Como tal, el método puede comprender opcionalmente la etapa de imprimir sobre la superficie de la película una tinta, pigmento, colorante, agente de azulado o mezcla de los mismos.

La película comprenderá un primer lado y un segundo lado. El área de impresión se puede lograr utilizando técnicas estándar, tal como impresión flexográfica o impresión por inyección de tinta. El área de impresión puede estar en uno o ambos lados de la película. Como tal, el método puede comprender la etapa opcional de imprimir en uno o más lados de la película una tinta, pigmento, colorante, agente de azulado o mezcla de los mismos. Como alternativa, se puede añadir una tinta o un pigmento como aditivo secundario durante la etapa de disolución de la fabricación de la película de modo que toda o al menos una parte de la película se coloree.

PAQUETES

La película es útil para crear un paquete que contenga una composición de detergente que comprenda principios activos de limpieza, formando de este modo una bolsa. Los principios activos de limpieza pueden adoptar cualquier forma, tal como polvos, geles, pastas, líquidos, comprimidos o cualquier combinación de los mismos. La película también es útil para cualquier otra aplicación en la que se desee una mejor manipulación en húmedo y pocos residuos en agua fría. La película forma al menos una pared lateral de la bolsa y/o paquete, opcionalmente toda la bolsa y/o paquete, y preferentemente una superficie exterior de la al menos una pared lateral.

La película que se describe en el presente documento también puede usarse para fabricar un paquete con dos o más compartimentos fabricados a partir de la misma película o en combinación con películas de otros materiales poliméricos. Películas adicionales pueden, por ejemplo, obtenerse mediante fundición, moldeo por soplado, extrusión o extrusión por soplado del mismo o de un material polimérico diferente, como se conoce en la técnica. En un tipo de realización, los polímeros, copolímeros o derivados de los mismos adecuados para su uso como la película adicional se seleccionan entre alcoholes polivinílicos, polivinilpirrolidona, óxidos de polialquileño, ácido poliacrílico, celulosa, éteres de celulosa, ésteres de celulosa, amidas de celulosa, acetatos de polivinilo, ácidos policarboxílicos y sales, poliaminoácidos o péptidos, poliamidas, poliacrilamida, copolímeros de ácidos maleicos/acrílicos, polisacáridos, incluyendo almidón y gelatina, gomas naturales tales como xantano y carrageninas. Por ejemplo, pueden seleccionarse polímeros entre poliacrilatos y copolímeros de acrilato hidrosolubles, metilcelulosa, carboximetilcelulosa de sodio, dextrina, etilcelulosa, hidroxietilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, maltodextrina, polimetacrilatos y combinaciones de los mismos, o pueden seleccionarse entre alcoholes polivinílicos, copolímeros de alcohol polivinílico e hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC) y combinaciones de los mismos. Una clase contemplada de realizaciones se caracteriza por el nivel de polímero en el material del paquete, por ejemplo, el copolímero de PVOH descrito anteriormente, como se ha descrito anteriormente, siendo de al menos el 50 %.

Las bolsas de la presente divulgación pueden incluir al menos un compartimento sellado. Por lo tanto, las bolsas pueden comprender un único compartimento o múltiples compartimentos. Una bolsa hidrosoluble se puede formar a partir de dos capas de película de polímero hidrosoluble selladas en una interfaz o por una sola película que se pliega sobre sí misma y se sella. Una o ambas películas incluyen la película de PVOH descrita anteriormente. Cuando la bolsa incluye varios compartimentos, la bolsa puede fabricarse a partir de una o más películas, de manera que cualquier compartimento dado del paquete pueda comprender paredes fabricadas a partir de una única película o de múltiples películas que tengan composiciones diferentes. Las películas definen un volumen de recipiente de bolsa interior que contiene cualquier composición deseada para su liberación en un entorno acuoso. La composición no está particularmente limitada, por ejemplo, incluyendo cualquiera de la diversidad de composiciones de limpieza que se describen a continuación. En realizaciones que comprenden múltiples compartimentos, cada compartimento puede contener composiciones idénticas y/o diferentes. A su vez, las composiciones pueden adoptar cualquier forma adecuada, incluyendo, pero sin limitación, líquida, sólida y combinaciones de las mismas (por ejemplo, un sólido

suspendido en un líquido). En algunas realizaciones, las bolsas comprenden un primero, segundo y tercer compartimento, cada uno de los cuales contiene respectivamente una primera, segunda y tercera composición diferente. Se contemplan particularmente los detergentes líquidos.

- 5 Los compartimentos de las bolsas de compartimentos múltiples pueden ser del mismo o diferente tamaño y/o volumen. Los compartimentos de las presentes bolsas de compartimentos múltiples pueden estar separados o unidos de cualquier manera adecuada. En algunas realizaciones, los compartimentos segundo y/o tercero y/o siguientes se superponen en el primer compartimento. En una realización, el tercer compartimento puede superponerse sobre el segundo compartimento, que a su vez se superpone sobre el primer compartimento en una configuración intercalada.
- 10 Como alternativa, los compartimentos segundo y tercero pueden superponerse sobre el primer compartimento. Sin embargo, también está previsto que el primero, el segundo y, opcionalmente, el tercero y los compartimentos subsiguientes pueden unirse entre sí en una relación de lado a lado. Los compartimentos pueden envasarse en una tira, pudiendo separarse cada compartimento individualmente mediante una línea de perforación. Por tanto, cada compartimento puede ser arrancado individualmente del resto de la tira por el usuario final, por ejemplo, de manera
- 15 de pretratar o postratar un tejido con una composición de un compartimento. En algunas realizaciones, el primer compartimento puede estar rodeado por al menos el segundo compartimento, por ejemplo, en una configuración de neumático y llanta, o en una configuración de bolsa en una bolsa.

20 En algunas realizaciones, las bolsas de compartimentos múltiples comprenden tres compartimentos que consisten en un primer compartimento grande y dos compartimentos más pequeños. Los compartimentos segundo y tercero más pequeños se superponen sobre el primer compartimento más grande. El tamaño y la geometría de los compartimentos se eligen de manera que pueda conseguirse esta disposición. La geometría de los compartimentos puede ser igual o diferente. En algunas realizaciones, el segundo compartimento y, opcionalmente, el tercero, tienen cada uno una geometría y una forma diferentes en comparación con el primer compartimento. En estas realizaciones, el segundo

25 compartimento y, opcionalmente, el tercero, se disponen en un diseño sobre el primer compartimento. El diseño puede ser decorativo, educativo o ilustrativo, por ejemplo, para ilustrar un concepto o instrucción, y/o utilizado para indicar el origen del producto. En algunas realizaciones, el primer compartimento es el compartimento más grande y tiene dos caras grandes selladas alrededor del perímetro y el segundo compartimento es más pequeño y cubre menos de aproximadamente el 75 % o menos de aproximadamente el 50 % del área superficial de una cara del primer

30 compartimento. En las realizaciones en las que existe un tercer compartimento, la estructura mencionada anteriormente puede ser igual, pero los compartimentos segundo y tercero cubren menos de aproximadamente el 60 %, o menos de aproximadamente el 50 %, o menos de aproximadamente el 45 % del área superficial de una cara del primer compartimento.

35 Las bolsas y/o paquetes de la presente divulgación pueden comprender una o más películas diferentes. Por ejemplo, en realizaciones de un único compartimento, el paquete puede fabricarse a partir de una pared que se dobla sobre sí misma y se sella en los bordes o, como alternativa, dos paredes que se sellan entre sí en los bordes. En realizaciones de compartimentos múltiples, el paquete puede fabricarse a partir de una o más películas, de manera que cualquier compartimento dado del paquete pueda comprender paredes fabricadas a partir de una única película o de múltiples

40 películas que tengan composiciones diferentes. En una realización, una bolsa de compartimentos múltiples comprende al menos tres paredes: una pared superior externa; una pared inferior externa; y una pared divisoria. La pared superior externa y la pared inferior externa son generalmente opuestas y forman el exterior de la bolsa. La pared divisoria es interior a la bolsa y se fija a las paredes externas generalmente opuestas a lo largo de una línea de sellado. La pared divisoria separa el interior de la bolsa de compartimentos múltiples en al menos un primer compartimento y un segundo

45 compartimento.

Las bolsas y paquetes pueden fabricarse usando cualquier equipo y método adecuados. Por ejemplo, pueden fabricarse bolsas de un único compartimento usando el relleno de forma vertical, el relleno de forma horizontal o técnicas de relleno de tambor rotativo habitualmente conocidas en la técnica. Dichos procesos pueden ser continuos o intermitentes. La película puede humedecerse y/o calentarse para aumentar la maleabilidad de la misma. El método

50 también puede implicar el uso de un vacío para introducir la película en un molde adecuado. El vacío que introduce la película en el molde puede aplicarse durante aproximadamente 0,2 a aproximadamente 5 segundos, o de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 3, o de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1,5 segundos, una vez que la película está en la porción horizontal de la superficie. Este vacío puede ser de manera que proporcione una sub-presión en un intervalo de 1 kPa (10 mbar) a 100 kPa (1000 mbar), o en un intervalo de 10 kPa (100 mbar) a 60 kPa (600 mbar), por ejemplo.

55

Los moldes, en los que pueden fabricarse los paquetes, pueden tener cualquier forma, longitud, anchura y profundidad, dependiendo de las dimensiones requeridas de las bolsas. Los moldes también pueden variar en tamaño y forma entre

60 sí, si se desea. Por ejemplo, el volumen de las bolsas finales puede ser de aproximadamente 5 ml a aproximadamente 300 ml o de aproximadamente 10 a 150 ml o de aproximadamente 20 a aproximadamente 100 ml y que los tamaños de los moldes se ajusten en consecuencia.

En una realización, el paquete comprende un primer y un segundo compartimento sellado. El segundo compartimento está generalmente en una relación superpuesta con el primer compartimento sellado, de manera que el segundo

65 compartimento sellado y el primer compartimento sellado comparten una pared divisoria interior a la bolsa.

5 En una realización, el paquete que comprende un primer y un segundo compartimento comprende adicionalmente un tercer compartimento sellado. El tercer compartimento sellado está generalmente en una relación superpuesta con el primer compartimento sellado, de manera que el tercer compartimento sellado y el primer compartimento sellado comparten una pared divisoria interior a la bolsa.

En algunas realizaciones, la primera composición y la segunda composición se seleccionan entre una de las siguientes combinaciones: líquido, líquido; líquido, polvo; polvo, polvo; y polvo, líquido.

10 En algunas realizaciones, el primer, las composiciones segunda y tercera se seleccionan entre una de las siguientes combinaciones: sólido, líquido, líquido y líquido, líquido, líquido.

15 En una realización, el compartimento único o pluralidad de compartimentos sellados contiene una composición. La pluralidad de compartimentos puede contener cada uno la misma composición o una diferente. La composición se selecciona entre un líquido, sólido o una combinación de los mismos.

20 En una realización, la composición puede seleccionarse entre las composiciones para el cuidado del hogar, tal como el grupo de composiciones líquidas de detergentes de uso ligero y de líquidas de uso pesado, composiciones de detergente en polvo, detergente para vajilla para lavado a mano y/o lavado a máquina; composiciones de limpieza de superficies duras, potenciadores de tejidos, geles detergentes utilizados habitualmente para el lavado de ropa y aditivos blanqueadores y para el lavado de ropa, champús y lavados corporales.

Conformación, sellado y termoformación

25 Como se ha mencionado anteriormente, la película descrita en el presente es termoformable. Una película termoformable es aquella que puede conformarse mediante la aplicación de calor y una fuerza.

30 La termoformación de una película es el proceso de calentar la película, conformarla (por ejemplo, en un molde) y después dejar que la película se enfríe, con lo cual la película mantendrá su forma, por ejemplo, la forma del molde. El calor puede aplicarse usando cualquier medio adecuado. Por ejemplo, la película puede calentarse directamente haciéndola pasar bajo un elemento calentador o a través de aire caliente, antes de alimentarla en una superficie o una vez sobre una superficie. Como alternativa, puede calentarse indirectamente, por ejemplo, calentando la superficie o aplicando un elemento caliente sobre la película. En algunas realizaciones, la película se calienta usando una luz infrarroja. La película puede calentarse a una temperatura en un intervalo de aproximadamente 50 a aproximadamente 35 150 °C, de aproximadamente 50 a aproximadamente 120 °C, de aproximadamente 60 a aproximadamente 130 °C, de aproximadamente 70 a aproximadamente 120 °C o de aproximadamente 60 a aproximadamente 90 °C. La termoformación puede realizarse mediante uno cualquiera o más de los siguientes procesos: la colocación manual de una película ablandada térmicamente sobre un molde, o la conformación inducida por presión de una película ablandada a un molde (por ejemplo, conformación al vacío), o la indexación automática de alta velocidad de una lámina recién extruida que tiene una temperatura conocida con precisión en una estación de conformación y recortado, o la colocación automática, tapado y/o estiramiento neumático y formación por presión de una película.

45 Como alternativa, la película puede humedecerse por cualquier medio adecuado, por ejemplo, pulverizando directamente un agente humectante (incluyendo agua, una solución de la composición de película, un plastificante para la composición de película o cualquier combinación de los anteriores) sobre la película, antes de alimentarla en la superficie o una vez sobre la superficie, o indirectamente humedeciendo la superficie o aplicando un artículo húmedo sobre la película.

50 Una vez que una película se ha calentado y/o humedecido, puede introducirse en un molde adecuado, preferentemente usando vacío. El relleno de la película moldeada puede realizarse utilizando cualquier medio adecuado. En algunas realizaciones, el método más preferido dependerá de la forma del producto y de la velocidad de relleno requerida. En algunas realizaciones, la película moldeada se rellena mediante técnicas de relleno en línea. A continuación se cierran los paquetes abiertos cargas, formando las bolsas, usando una segunda película, mediante cualquier método adecuado. Esto puede realizarse mientras están en posición horizontal y en movimiento continuo y constante. El cierre 55 puede lograrse mediante la alimentación continua de una segunda película, preferentemente película hidrosoluble, encima y sobre los paquetes abiertos y, después, preferentemente, sellando la primera y la segunda película entre sí, normalmente en el área entre los moldes y, por tanto, entre los paquetes.

60 Puede utilizarse cualquier método adecuado de sellado del paquete y/o los compartimentos individuales del mismo. Los ejemplos no limitantes de dichos medios incluyen sellado por calor, la soldadura con disolvente, el sellado con disolvente o en húmedo y combinaciones de los mismos. Normalmente, solo se trata con calor o disolvente el área que ha de formar el sellado. El calor o el disolvente pueden aplicarse mediante cualquier método, normalmente sobre el material de cierre, y normalmente solo sobre las áreas que han de formar el sellado. Si se usa el sellado o la soldadura con disolvente o térmicos, puede preferirse aplicar también calor. Los métodos preferidos de sellado/soldadura en húmedo o con disolvente incluyen aplicar selectivamente disolvente sobre el área entre los 65 moldes, o sobre el material de cierre, mediante, por ejemplo, pulverización o impresión de esto en estas áreas y,

después, aplicando presión en estas áreas, para formar el sellado. Pueden usarse rodillos y cintas de sellado como se ha descrito anteriormente (opcionalmente también proporcionando calor), por ejemplo.

5 Después, las bolsas formadas pueden cortarse con un dispositivo de corte. El corte puede lograrse usando cualquier método conocido. Puede preferirse que el corte se realice también de forma continua, y preferentemente con velocidad constante y preferentemente en posición horizontal. El dispositivo de corte puede ser, por ejemplo, un artículo afilado o un artículo caliente o un láser, por lo que en estos últimos casos, el artículo caliente o el láser "quema" a través de la película/área de sellado.

10 Los diferentes compartimentos de una bolsa de compartimentos múltiples pueden fabricarse juntos en un estilo uno al lado del otro en donde las bolsas resultantes, cohesionadas pueden separarse o no mediante el corte. Como alternativa, los compartimentos pueden fabricarse por separado.

15 En algunas realizaciones, las bolsas pueden fabricarse de acuerdo con un proceso que comprende las etapas de: a) formar un primer compartimento (como se ha descrito anteriormente); b) formar un rebaje dentro de una parte o de todo el compartimento cerrado formado en la etapa (a), para generar un segundo compartimento moldeado superpuesto encima del primer compartimento; c) rellenar y cerrar los segundos compartimentos por medio de una tercera película; d) sellar la primera, segunda y tercera películas; y e) cortar las películas para producir una bolsa de compartimentos múltiples. El rebaje formado en la etapa (b) puede conseguirse aplicando un vacío al compartimento
20 preparado en la etapa (a).

En algunas realizaciones, el segundo y/o el tercer compartimento(s) pueden fabricarse en una etapa separada y luego combinarse con el primer compartimento como se describe en la publicación de solicitud de patente de Estados Unidos n.º 2014/345064 A1 o la publicación de solicitud de patente de Estados Unidos n.º2009/312220 A1.

25 En algunas realizaciones, las bolsas pueden fabricarse de acuerdo con un proceso que comprende las etapas de: a) formar un primer compartimento, opcionalmente usando calor y/o vacío, usando una primera película sobre una primera máquina conformadora; b) rellenar el primer compartimento con una primera composición; c) sobre una segunda máquina conformadora, deformar una segunda película, opcionalmente usando calor y vacío, para fabricar un segundo y, opcionalmente, un tercer compartimento moldeado; d) rellenar el segundo compartimento y, opcionalmente, el tercero; e) sellar el segundo y, opcionalmente, el tercer compartimento usando una tercera película; f) colocar el segundo y, opcionalmente, el tercer compartimento sellado sobre el primer compartimento; g) sellar el primero, el segundo y opcionalmente el tercer compartimento; y h) cortar las películas para producir una bolsa de compartimentos múltiples.

30 La primera y la segunda máquinas conformadoras pueden seleccionarse basándose en su idoneidad para realizar el proceso anterior. En algunas realizaciones, la primera máquina conformadora es preferentemente una máquina conformadora horizontal, y la segunda máquina conformadora es preferentemente una máquina conformadora de tambor rotativo, preferentemente ubicada encima de la primera máquina conformadora.

40 Debe entenderse que mediante el uso de estaciones de alimentación adecuadas, puede ser posible fabricar bolsas de compartimentos múltiples que incorporen varias composiciones diferentes o distintivas y/o composiciones líquidas, en gel o pasta diferentes o distintivas.

45 En algunas realizaciones, la película y/o bolsa se pulveriza o espolvorea con un material adecuado, tal como un agente activo, un lubricante, un agente aversivo o mezclas de los mismos. En algunas realizaciones, se imprime sobre la película y/o bolsa, por ejemplo, con una tinta y/o un agente activo.

Contenidos de la bolsa

50 Los presentes artículos (por ejemplo, en forma de bolsas o paquetes) pueden contener diversas composiciones, por ejemplo, composiciones para el cuidado del hogar y otras composiciones para composiciones que no sean del cuidado del hogar, tales como composición agrícola y composiciones de tratamiento de agua. Una bolsa de compartimentos múltiples puede contener las mismas o diferentes composiciones en cada compartimento separado. La composición
55 está próxima a la película hidrosoluble. La composición puede estar a menos de aproximadamente 10 cm o a menos de aproximadamente 5 cm o a menos de aproximadamente 1 cm de distancia de la película. Normalmente, la composición es adyacente a la película o está en contacto con la película. La película puede estar en la forma de una bolsa o un compartimento, que contienen la composición en los mismos.

60 Tal como se ha descrito anteriormente, la película y la bolsa son particularmente ventajosas para envasar (por ejemplo, en contacto directo con) materiales que tienen iones de hidrógeno intercambiables, por ejemplo, composiciones caracterizadas por equilibrios ácido/base, tales como equilibrios amina-ácido graso y/o equilibrios amina-ácido tensioactivo aniónico.

65 Esta característica de la divulgación puede utilizarse para mantener las composiciones que contienen ingredientes incompatibles (por ejemplo, blanqueador y enzimas) físicamente separados o divididos entre sí. Se cree que dicha

división puede ampliar la vida útil y/o disminuir la inestabilidad física de dichos ingredientes. Adicionalmente o como alternativa, dicha división puede proporcionar beneficios estéticos como se describe en la Solicitud de Patente Europea Número 09161692.0.

5 Los ejemplos no limitantes de composiciones útiles (por ejemplo, composiciones para el cuidado del hogar) incluyen composiciones de detergentes líquidos para usos ligeros y usos pesados, composiciones de limpieza de superficies duras, geles detergentes utilizados habitualmente para el lavado de ropa, aditivos blanqueadores y para el lavado de
10 ropa, composiciones potenciadoras de tejidos (tales como suavizantes de tejidos), champús, lavados corporales y otras composiciones para el cuidado personal. Las composiciones de uso en las presentes bolsas pueden adoptar la forma de un líquido, sólido o un polvo. Las composiciones líquidas pueden comprender un sólido. Los sólidos pueden incluir polvo o aglomerados, tales como microcápsulas, perlas, hebras o una o varias bolas nacaradas o mezclas de los mismos. Un elemento sólido de este tipo puede proporcionar un beneficio técnico, a través del lavado o como pretratamiento, componente de liberación retardada o secuencial; adicionalmente o como alternativa, puede proporcionar un efecto estético.

15 Las composiciones encapsuladas por las películas que se describen en el presente documento pueden tener cualquier viscosidad adecuada dependiendo de factores tales como los ingredientes formulados y el propósito de la composición. En una realización, la composición tiene un valor de viscosidad de cizalla alto, a una velocidad de cizalla de 20 s^{-1} y una temperatura de $20 \text{ }^\circ\text{C}$, de 100 a 3.000 cP, como alternativa de 300 a 2.000 cP, como alternativa de 500
20 a 1.000 cP, y un valor de viscosidad de cizalla bajo, a una velocidad de cizalla de 1 s^{-1} y una temperatura de $20 \text{ }^\circ\text{C}$, de 500 a 100.000 cP, como alternativa de 1000 a 10.000 cP, como alternativa de 1.300 a 5.000 cP. En la técnica se conocen métodos para medir la viscosidad. De acuerdo con la presente invención, las mediciones de viscosidad se realizan usando un reómetro rotativo, por ejemplo, TA instruments AR550. El instrumento incluye un accesorio cónico de 40 mm de 2° o 1° con un hueco de aproximadamente 50-60 μm para líquidos isotrópicos o una placa de acero
25 plana de 40 mm con un hueco de 1000 μm para partículas que contienen líquidos. La medición se realiza usando un procedimiento de flujo que contiene una etapa de acondicionamiento, una retención de picos y una etapa de rampa continua. La etapa de acondicionamiento implica el ajuste de la temperatura de medición a $20 \text{ }^\circ\text{C}$, una pre-cizalla de 10 segundos a una velocidad de cizalla de 10 s^{-1} y un equilibrado de 60 segundos a la temperatura seleccionada. La retención de picos implica aplicar una velocidad de cizalla de $0,05 \text{ s}^{-1}$ a $20 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 3 min con un muestreo cada
30 10 s. La etapa de rampa continua se realiza a una velocidad de cizalla de $0,1$ a 1200 s^{-1} durante 3 min a $20 \text{ }^\circ\text{C}$ para obtener el perfil de flujo completo.

En bolsas que contienen ropa, aditivos para lavado de ropa y/o composiciones potenciadoras de tejidos, las composiciones pueden comprender uno o más de la siguientes lista no limitante de ingredientes: agente beneficioso
35 para el cuidado de tejidos; enzima detergente; adyuvante de deposición; modificador reológico; adyuvante de detergencia; lejía; agente blanqueador; precursor de blanqueamiento; potenciador de blanqueamiento; catalizador de blanqueamiento; perfume y/o microcápsulas de perfume (véase, por ejemplo, el documento US 5.137.646); zeolita cargada con perfume; encapsulado de almidón accord; ésteres de poliglicerol; agente blanqueante; agente nacarado; sistemas estabilizadores de enzimas; agentes secuestrantes, incluyendo agentes fijadores para tintes aniónicos,
40 agentes formadores de complejos para tensioactivos aniónicos y mezclas de los mismos; abrillantadores ópticos o fluorescentes; polímero, incluyendo, pero sin limitación, polímero de liberación de suciedad y/o polímero de suspensión de suciedad; dispersantes; agentes antiespumantes; disolvente no acuoso; ácido graso; supresores de espuma, por ejemplo, supresores de espuma de silicona (véase: la publicación de Estados Unidos n.º 2003/0060390 A1, ¶¶65-77); almidones catiónicos (véase: el documento US 2004/0204337 A1 y el documento US 2007/0219111 A1); dispersantes
45 de espuma (véase: el documento US 2003/0126282 A1, ¶¶89 - 90); tintes sustantivos; tintes de tonalidad (véase: el documento US 2014/0162929A1); colorantes; opacificante; antioxidante; hidrótopos tales como toluenosulfonatos, cumenosulfonatos y naftalenosulfonatos; motas de color; perlas coloreadas, esferas o extruidos; agentes ablandadores de arcilla; agentes antibacterianos. Uno o más de estos ingredientes se describen adicionalmente en la Solicitud de Patente Europea Número 09161692.0, la Publicación de los EE.UU. Número 2003/0139312A1 y la Solicitud de Patente de los EE.UU. Número 61/229.981. Adicionalmente o como alternativa, las composiciones pueden comprender tensioactivos, compuestos de amonio cuaternario y/o sistemas de disolventes. Los compuestos de amonio cuaternario pueden estar presentes en composiciones potenciadoras de tejidos, tales como los suavizantes de tejidos, y pueden comprender cationes de amonio cuaternario que son iones poliatómicos con carga positiva de la estructura NR_4^+ , donde R es un grupo alquilo o un grupo arilo.

55 Tensioactivos

Las composiciones detergentes pueden comprender de aproximadamente el 1 % al 80 % en peso de un tensioactivo. Se prefiere el uso de tensioactivo como componente de la primera composición. Preferentemente, la primera
60 composición comprende de aproximadamente el 5 % al 50 % en peso de tensioactivo. Las composiciones segunda y tercera pueden comprender tensioactivos en niveles del 0,1 al 99,9 %.

Los tensioactivos detergentes utilizados pueden ser del tipo aniónico, no iónico, zwitteriónico, anfótero o catiónico, o pueden comprender mezclas compatibles de estos tipos. Más preferentemente, los tensioactivos se seleccionan entre el grupo que consiste en tensioactivos aniónicos, no iónicos, catiónicos y mezclas de los mismos. Preferentemente, las composiciones están sustancialmente exentas de tensioactivos de betaína. Se describen tensioactivos detergentes

útiles en el presente documento en las Patentes de EE.UU. 3.664.961; 3.919.678; 4.222.905; y 4.239.659. Se prefieren los tensioactivos aniónicos y no iónicos.

5 Los tensioactivos aniónicos útiles pueden ser a su vez de varios tipos diferentes. Por ejemplo, las sales hidrosolubles de los ácidos grasos superiores, es decir, "jabones", son tensioactivos aniónicos útiles en las composiciones del presente documento. Esto incluye jabones de metales alcalinos, tales como las sales de sodio, potasio, amonio y alquil amonio de ácidos grasos superiores que contienen de aproximadamente 8 a aproximadamente 24 átomos de carbono y, preferentemente, de aproximadamente 12 a aproximadamente 18 átomos de carbono. Pueden fabricarse jabones mediante saponificación directa de grasas y aceites o mediante neutralización de ácidos grasos libres. Son particularmente útiles las sales de sodio y potasio de las mezclas de ácidos grasos derivadas del aceite de coco y del sebo, es decir, jabón de sebo y coco de sodio o potasio.

15 Otros tensioactivos aniónicos no jabonosos que son adecuados para su uso en el presente documento incluyen las sales hidrosolubles, preferentemente las sales de metal alcalino y amonio, de productos orgánicos de reacción sulfúrica que tienen en su estructura molecular un grupo alquilo que contiene de aproximadamente 10 a aproximadamente 20 átomos de carbono y un grupo éster de ácido sulfónico o de ácido sulfúrico. (En el término "alquilo" se incluye la porción alquílica de los grupos acilo). Los ejemplos de este grupo de tensioactivos sintéticos incluyen: a) los sulfatos de sodio, potasio y alquil amonio, especialmente aquellos que se obtienen sulfatando los alcoholes superiores (C₈-C₁₈), tales como aquellos que se producen reduciendo los glicéridos de sebo o aceite de coco; b) los sulfatos de polietoxilato de sodio, potasio y alquilamónio, particularmente aquellos en los que el grupo alquilo contiene de 10 a 22, preferentemente de 12 a 18 átomos de carbono, y en donde la cadena de polietoxilato contiene de 1 a 15, preferentemente de 1 a 6 restos etoxilato; y c) los alquilbenceno sulfonatos de sodio y potasio en los que el grupo alquilo contiene de aproximadamente 9 a aproximadamente 15 átomos de carbono, en configuración de cadena lineal o cadena ramificada, por ejemplo, aquellos del tipo descrito en las Patentes de los EE.UU. 2.220.099 y 2.477.383. Son especialmente valiosos los alquilbenceno sulfonatos de cadena lineal en los que el número promedio de átomos de carbono en el grupo alquilo es de aproximadamente 11 a 13, abreviados como LAS C₁₁-C₁₃.

30 Los tensioactivos no iónicos preferidos son aquellos de fórmula R₁(OC₂H₄)_nOH, en donde R₁ es un grupo alquilo C₁₀-C₁₆ o un grupo alquil C₈-C₁₂ fenilo y n es de 3 a aproximadamente 80. Se prefieren especialmente los productos de condensación de los alcoholes C₁₂-C₁₅ con de aproximadamente 5 a aproximadamente 20 moles de óxido de etileno por mol de alcohol, por ejemplo, alcohol C₁₂-C₁₃ condensado con aproximadamente 6,5 moles de óxido de etileno por mol de alcohol.

35 Sistema de disolventes

El sistema de disolventes en las presentes composiciones puede ser un sistema de disolventes que contenga solamente agua o mezclas de disolventes orgánicos con agua. Los disolventes orgánicos preferidos incluyen 1,2-propanodiol, etanol, glicerol, dipropilenglicol, 2-metil-1,3-propanodiol y mezclas de los mismos. También se pueden usar otros alcoholes inferiores, alcanolaminas C₁-C₄, tales como monoetanolamina y trietanolamina. Los sistemas de disolventes pueden estar ausentes, por ejemplo, de realizaciones sólidas anhidras de la divulgación, pero más normalmente están presentes en niveles en el intervalo de aproximadamente el 0,1 % a aproximadamente el 98 %, preferentemente al menos de aproximadamente el 1 % a aproximadamente el 50 %, más normalmente de aproximadamente el 5 % a aproximadamente el 25 %. Normalmente, las presentes composiciones, particularmente cuando están en forma líquida, comprenden menos del 50 % de agua, preferentemente de aproximadamente el 0,1 % a aproximadamente el 20 % de agua o, más preferentemente, de aproximadamente el 0,5 % a aproximadamente el 15 % o de aproximadamente el 5 % a aproximadamente el 12 %, en peso de la composición, de agua.

50 Las composiciones del presente documento pueden prepararse generalmente mezclando los ingredientes entre sí. Si se usa un material nacarado, debe añadirse en las últimas etapas de la mezcla. Si se usa un modificador reológico, se prefiere formar en primer lugar una premezcla dentro de la cual el modificador reológico se dispersa en una porción del agua y, opcionalmente, otros ingredientes que se usan en última instancia para formar las composiciones. Esta premezcla se forma de manera que se obtenga un líquido estructurado. A esta premezcla estructurada después se le puede añadir, mientras se agita la premezcla, el tensioactivo o tensioactivos y los materiales complementarios esenciales para el lavado de ropa, junto con agua y cualesquier complementos opcionales de la composición de detergente que hayan de usarse.

60 El pH de las composiciones útiles puede ser de aproximadamente 2 a aproximadamente 12, de aproximadamente 4 a aproximadamente 12, de aproximadamente 5,5 a aproximadamente 9,5, de aproximadamente 6 a aproximadamente 8,5 o de aproximadamente 6,5 a aproximadamente 8,2. Las composiciones de detergente para el lavado de ropa pueden tener un pH de aproximadamente 6 a aproximadamente 10, de aproximadamente 6,5 a aproximadamente 8,5, de aproximadamente 7 a aproximadamente 7,5 o de aproximadamente 8 a aproximadamente 10. Las composiciones para el lavado de vajilla automático pueden tener un pH de aproximadamente 8 a aproximadamente 12. Las composiciones de aditivos de detergente para el lavado de ropa pueden tener un pH de aproximadamente 4 a aproximadamente 8. Los potenciadores de tejidos pueden tener un pH de aproximadamente 2 o 4 a aproximadamente 8 o de aproximadamente 2 a aproximadamente 4 o de aproximadamente 2,5 a aproximadamente 3,5 o de aproximadamente 2,7 a aproximadamente 3,3.

El pH del detergente se define como el pH de una solución acuosa al 10 % (peso/volumen) del detergente a 20 ± 2 °C; para el detergente sólido y en polvo, esto se define como el pH de una solución acuosa al 1 % (peso/volumen) del detergente a 20 ± 2 °C. Cualquier medidor capaz de medir el pH con una precisión de $\pm 0,01$ unidades de pH es adecuado. Los medidores Orion (Thermo Scientific, Clintinpark -Keppekouter, Ninovesteenweg 198, 9320 Erembodegem -Aalst, Bélgica) o equivalentes son instrumentos aceptables. El pH-ímetro debe estar equipado con un electrodo de vidrio adecuado con referencia de calomelano o plata/cloruro de plata. Un ejemplo incluye Mettler DB 115. El electrodo debe almacenarse en la solución electrolítica recomendada por el fabricante.

La solución acuosa al 10 % del detergente se prepara de acuerdo con el siguiente procedimiento. Se pesa una muestra de $10 \pm 0,05$ gramos con una balanza capaz de medir con precisión hasta $\pm 0,02$ gramos. La muestra se transfiere a un matraz aforado de 100 ml, se diluye hasta el volumen con agua purificada (el agua desionizada y/o el agua destilada son adecuadas siempre que la conductividad del agua sea < 5 $\mu\text{S}/\text{cm}$) y se mezcla minuciosamente. Aproximadamente 50 ml de la solución resultante se vierten en un vaso de precipitados, la temperatura se ajusta a 20 ± 2 °C y el pH se mide de acuerdo con el procedimiento convencional del fabricante del pH-ímetro (es fundamental seguir las instrucciones del fabricante para configurar y calibrar también el conjunto de pH).

Para detergentes sólidos y en polvo, la solución acuosa al 1 % del detergente se prepara de acuerdo con el siguiente procedimiento. Se pesa una muestra de $10 \pm 0,05$ gramos con una balanza capaz de medir con precisión hasta $\pm 0,02$ gramos. La muestra se transfiere a un matraz aforado de 1000 ml, se diluye hasta el volumen con agua purificada (el agua desionizada y/o el agua destilada son adecuadas siempre que la conductividad del agua sea < 5 $\mu\text{S}/\text{cm}$) y se mezcla minuciosamente. Aproximadamente 50 ml de la solución resultante se vierten en un vaso de precipitados, la temperatura se ajusta a 20 ± 2 °C y el pH se mide de acuerdo con el procedimiento convencional del fabricante del pH-ímetro (es fundamental seguir las instrucciones del fabricante para configurar y calibrar también el conjunto de pH).

Blanqueadores

Los blanqueadores inorgánicos y orgánicos son principios activos de limpieza adecuados para su uso en el presente documento. Los blanqueadores inorgánicos incluyen sales perhidrato tales como sales perborato, percarbonato, perfosfato, persulfato y persilicato. Las sales perhidrato inorgánicas son normalmente las sales de metales alcalinos. La sal perhidrato inorgánica puede incluirse como el sólido cristalino sin protección adicional. Como alternativa, la sal puede recubrirse como se sabe en la técnica.

Los percarbonatos de metales alcalinos, particularmente el percarbonato de sodio, son perhidratos preferidos para su uso en la composición de detergente que se describe en el presente documento. El percarbonato se incorpora mucho más preferentemente en los productos en una forma recubierta que proporciona estabilidad en el producto. Un material de recubrimiento adecuado que proporciona estabilidad en el producto comprende una sal mixta de un sulfato de metal alcalino hidrosoluble y carbonato. Dichos recubrimientos, junto con los procesos de recubrimiento, se han descrito anteriormente en el documento GB 1.466.799 y las patentes de Estados Unidos N.º 3.975.280; 4.075.116; y 5.340.496. La relación en peso del material de recubrimiento de sal mixta con respecto al percarbonato se encuentra en el intervalo de 1:99 a 1:9 y, preferentemente, de 1:49 a 1:19. Preferentemente, la sal mixta es de sulfato de sodio y carbonato de sodio que tiene la fórmula general $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot n \text{Na}_2\text{CO}_3$ en la que n es de 0,1 a 3, preferentemente de 0,3 a 1,0 y más preferentemente de 0,2 a 0,5. Otro material de recubrimiento adecuado que proporciona estabilidad en el producto comprende silicato de sodio de una relación $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ de 1,8:1 a 3,0:1, preferentemente de 1,8:1 a 2,4:1, y/o metasilicato de sodio, preferentemente aplicado a un nivel del 2 % al 10 %, (normalmente del 3 % al 5 %) de SiO_2 en peso de la sal perhidrato inorgánica, tala como peroximonopersulfato de potasio. También se pueden usar ventajosamente otros recubrimientos que contienen silicato de magnesio, sales de silicato y borato, ácidos silicato y bórico, ceras, aceites y jabones grasos.

Los blanqueadores orgánicos pueden incluir peroxiácidos orgánicos, incluyendo diacil y tetraacilperóxidos, especialmente el ácido diperoxidodecanodioco, el ácido diperoxitetradecanodioco y el ácido diperoxihexadecanodioco. El peróxido de dibenzoílo es un peroxiácido orgánico preferido en el presente documento. El peróxido de diacilo, especialmente el peróxido de dibenzoílo, preferentemente puede estar presente en forma de partículas que tengan un diámetro promedio en peso de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 100 micrómetros, preferentemente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 30 micrómetros, más preferentemente de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 micrómetros. Preferentemente, al menos aproximadamente del 25 % al 100 %, más preferentemente al menos aproximadamente 50 %, incluso más preferentemente al menos aproximadamente un 75 %, mucho más preferentemente al menos el 90 %, de las partículas son inferiores a 10 micrómetros, preferentemente inferiores a 6 micrómetros.

Otros blanqueadores orgánicos incluyen los peroxiácidos, siendo ejemplos particulares los alquilperoxi ácidos y los arilperoxi ácidos. Son representantes preferidos: (a) el ácido peroxibenzoico y sus derivados de anillo sustituido, tales como los ácidos alquilperoxibenzoicos, pero también el ácido peroxi- α -naftoico y el monoperftalato de magnesio; (b) los peroxiácidos alifáticos o alifáticos sustituidos, tales como el ácido peroxiláurico, ácido peroxiesteárico, ácido ϵ -ftalimidoperoxycaproico [ácido ftaloiminoperoxihexanoico (PAP)], ácido o-carboxibenzamidoperoxycaproico, ácido N-nonenilamidoperoxycaproico y N-nonenilamidopersuccinatos; y (c) ácidos peroxidicarboxílicos alifáticos y aralifáticos, tales

como el ácido 1,12-diperoxicarboxílico, ácido 1,9-diperoxiázelaico, ácido diperoxisebácico, ácido diperoxisbrasílico, los ácidos diperoxiálticos, ácido 2-decildiperoxi-butano-1,4-dioico, N,N-tereftaloildi(ácido 6-aminopercaproico)

5 Los activadores de blanqueamiento pueden incluir precursores de perácidos orgánicos que potencien la acción
 10 blanqueadora en el transcurso de la limpieza a temperaturas de 60 °C e inferiores. Los activadores de blanqueamiento
 adecuados para su uso en el presente documento incluyen compuestos que, en condiciones de perhidrólisis,
 proporcionan ácidos peroxicarboxílicos alifáticos que tienen preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono, en
 particular de 2 a 4 átomos de carbono y/o ácido perbenzoico opcionalmente sustituido. Las sustancias adecuadas
 15 llevan grupos O-acilo y/o N-acilo del número de átomos de carbono especificado y/o grupos benzoilo opcionalmente
 sustituidos. Se da preferencia a las alquilendiaminas poliaciladas, en particular la tetraacetilendiamina (TAED),
 derivados de triazina acilada, en particular la 1,5-diacetil-2,4-dioxohexahidro-1,3,5-triazina (DADHT), glicolurilos
 acilados, en particular el tetraacetilglicolurilo (TAGU), N-acilimidaz, en particular la N-nonanoilsuccinimida (NOSI),
 fenolsulfonatos acilados, en particular n-nonanoil- o isonanoiloxibencenosulfonato (n o iso-NOBS), anhídridos
 20 carboxílicos, en particular el anhídrido ftálico, alcoholes polihídricos acilados, en particular la triacetina, diacetato de
 etilglicol y 2,5-diacetoxi-2,5-dihidrofurano y también citrato de trietilacetilo (TEAC).

Los catalizadores de blanqueamiento preferidos para su uso en la composición de detergente del presente documento
 incluyen el triazaciclono-nano de manganeso y complejos relacionados (documento US-4.246.612, documento US-A-
 5.227.084); Co, Cu, bispiridilamina de Mn y Fe y complejos relacionados (documento US-5.114.611); y acetato de
 20 pentamina cobalto(III) y complejos relacionados (documento US-4.810.410). Una descripción completa de
 catalizadores de blanqueamiento adecuados para su uso en el presente documento puede encontrarse en la patente
 de Estados Unidos N.º 6.599.871.

Agentes para el lavado de vajilla

25 Un tensioactivo preferido para su uso en detergentes para el lavado de vajilla automático es de formación de espuma
 baja por sí mismo o en combinación con otros componentes (por ejemplo, supresores de espuma). Se prefieren para
 su uso en el presente documento tensioactivos no iónicos de bajo y alto punto de turbidez y mezclas de los mismos,
 incluyendo tensioactivos no iónicos alcoxilados (especialmente etoxilatos derivados de alcoholes primarios C6-C18),
 30 alcoholes etoxilados-propoxilados (por ejemplo, Poly-Tergent® SLF18 de Olin Corporation), alcoholes
 poli(oxialquilados) protegidos con epoxi (por ejemplo, Poly-Tergent® SLF18B de Olin Corporation, véase el documento
 WO-A-94/22800), tensioactivos de alcohol poli(oxialquilado) protegidos con éter y compuestos poliméricos de
 polioxi-etileno-polioxi-propileno de bloque tales como Pluronic®, Reversed Pluronic® y Tetronic® de BASF-Wyandotte
 Corp., Wyandotte, Michigan; tensioactivos anfóteros tales como los óxidos de alquil C12-C20 amina (los óxidos de
 35 amina preferidos para su uso en el presente documento incluyen el óxido de lauril dimetil amina y el óxido de hexadecil
 dimetil amina) y tensioactivos alquil anfocarboxílicos tales como Miranol™ C2M; y tensioactivos zwitteriónicos tales
 como las betainas y sultainas; y mezclas de los mismos. Se desvelan tensioactivos adecuados para su uso en el
 presente documento, por ejemplo, en los documentos US-A-3,929,678, US-A-4,259,217, EP-A-0414 549, WO-A-
 93/08876 y WO-A-93/08874. Los tensioactivos pueden estar presentes a un nivel de aproximadamente el 0,2 % a
 40 aproximadamente el 30 % en peso, más preferentemente, de aproximadamente el 0,5 % a aproximadamente el 10 %
 en peso, mucho más preferentemente de aproximadamente el 1 % a aproximadamente el 5 % en peso de una
 composición de detergente.

Otras composiciones y aditivos

45 Los adyuvantes de detergencia adecuados para su uso en la composición de detergente que se describe en el
 presente documento incluyen adyuvantes de detergencia hidrosolubles, incluyendo citratos, carbonatos, silicato y
 polifosfatos, por ejemplo, tripolifosfato de sodio y hexahidrato de tripolifosfato de sodio, tripolifosfato de potasio y sales
 mixtas de tripolifosfato de sodio y potasio.

50 Las enzimas adecuadas para su uso en la composición de detergente que se describe en el presente documento
 incluyen celulasas bacterianas y fúngicas, incluyendo CAREZYME y CELLUZYME (Novo Nordisk A/S); peroxidases;
 lipasas incluyendo AMANO-P (Amano Pharmaceutical Co.), M1 LIPASE y LIPOMAX (Gist-Brocades) y LIPOLASE y
 LIPOLASE ULTRA (Novo); cutinasas; proteasas, incluyendo ESPERASE, ALCALASE, DURAZYM y SAVINASE
 55 (Novo) y MAXATASE, MAXACAL, PROPERASE y MAXAPEM (Gist-Brocades); α y β amilasas incluyendo PURAFECT
 OX AM (Genencor) y TERMAMYL, BAN, FUNGAMYL, DURAMYL y NATALASE (Novo); pectinasas; y mezclas de los
 mismos. Las enzimas pueden añadirse en el presente documento en forma de perlas, granulados o cogranulados a
 niveles normalmente en el intervalo de aproximadamente el 0,0001 % a aproximadamente el 2 % de enzima pura en
 peso de la composición de limpieza.

60 Los supresores de espuma adecuados para su uso en la composición de detergente que se describe en el presente
 documento incluyen tensioactivos no iónicos que tienen un punto de turbidez bajo. "Punto de turbidez", como se usa
 en el presente documento, es una propiedad bien conocida de los tensioactivos no iónicos que es el resultado de que
 el tensioactivo se vuelva menos soluble con el aumento de la temperatura, la temperatura a la que puede observarse
 65 la aparición de una segunda fase se denomina "punto de turbidez". Como se usa en el presente documento, un
 tensioactivo no iónico de "punto de turbidez bajo" se define como un ingrediente del sistema tensioactivo no iónico que

tiene un punto de turbidez inferior a 30 °C, preferentemente inferior a aproximadamente 20 °C e incluso más preferentemente inferior a aproximadamente 10 °C y mucho más preferentemente inferior a aproximadamente 7,5 °C. Los tensioactivos no iónicos de punto de turbidez bajo pueden incluir tensioactivos alcoxilados no iónicos, especialmente etoxilatos derivados de alcohol primario, y polímeros de bloque inverso de polioxipropileno/polioxietileno/polioxipropileno (PO/EO/PO). Además, dichos tensioactivos no iónicos de punto de turbidez bajo pueden incluir, por ejemplo, alcohol etoxilado-propoxilado (por ejemplo, BASF POLY-TERGENT SLF18) y alcoholes poli(oxialquilados) protegidos con epoxi (por ejemplo, la serie BASF POLY-TERGENT SLF18B de no iónicos, como se describe, por ejemplo, en el documento US-A-5.576.281).

Otros componentes adecuados para su uso en la composición de detergente que se describe en el presente documento incluyen polímeros limpiadores que tienen propiedades de anti-redeposición, liberación de suciedad u otras propiedades de detergencia. Los polímeros anti-redeposición para su uso en el presente documento incluyen polímeros que contienen ácido acrílico, tales como SOKALAN PA30, PA20, PA15, PA10 y SOKALAN CP10 (BASF GmbH), ACUSOL 45N, 480N, 460N (Rohm y Haas), copolímeros de ácido acrílico/ácido maleico tales como SOKALAN CP5 y copolímeros acrílicos/metacrílicos. Otros polímeros adecuados incluyen polímeros a base de amina, tales como polialquilimininas alcoxiladas (por ejemplo, PEI600 EO20 y/o compuestos dimetil cuaternarios de hexametildiamina etoxisulfatada), que, opcionalmente, pueden estar cuaternizados. Los polímeros de liberación de suciedad para su uso en el presente documento incluyen alquil e hidroxialquilcelulosas (documento US-A-4.000.093), polioxietilenos, polioxipropilenos y copolímeros de los mismos, y polímeros no iónicos y aniónicos a base de ésteres de tereftalato de etilenglicol, propilenglicol y mezclas de los mismos.

También son adecuados para su uso en el detergente secuestradores de metales pesados e inhibidores del crecimiento de cristales, por ejemplo, penta(fosfonato de metileno) de dietilentriamina, tetra(fosfonato de metileno) de etilendiamina tetra(fosfonato de metileno) de hexametildiamina, difosfonato de etileno, hidroxietileno-1,1-difosfonato, nitrilotriacetato, etilendiaminotetracetato, etilendiamina-N,N'-disuccinato en sus formas de sal y ácido libre.

También es adecuado para su uso en la composición de detergente que se describe en el presente documento un inhibidor de la corrosión, por ejemplo, agentes de recubrimiento de plata orgánicos (especialmente parafinas tales como WINOG 70 comercializadas por Wintershall, Salzbergen, Alemania), compuestos inhibidores de la corrosión que contienen nitrógeno (por ejemplo, benzotriazol y benzimidazol - véase el documento GB-A-1137741) y compuestos de Mn(II), particularmente sales de Mn(II) de ligandos orgánicos.

Otros componentes adecuados para su uso en la composición de detergente del presente documento incluyen estabilizadores de enzimas, por ejemplo, ion de calcio, ácido bórico y propilenglicol.

Se conocen en la técnica aditivos de aclarado adecuados. Los adyuvantes de aclarado comerciales (abrillantadores) para el lavado de vajilla normalmente son mezclas de éteres de polietileno/polipropilenglicol de alcohol graso de baja formación de espuma, solubilizadores (por ejemplo, sulfonato de cumeno), ácidos orgánicos (por ejemplo, ácido cítrico) y disolventes (por ejemplo, etanol). La función de dichos adyuvantes de aclarado es influir en la tensión interfacial del agua de manera que ésta pueda escurrirse de las superficies aclaradas en forma de una película coherente delgada, de manera que no queden gotitas de agua, rayas o películas después del proceso de secado posterior. La Patente Europea 0 197 434 B1 describe adyuvantes de aclarado que contienen éteres mixtos como tensioactivos. También se contemplan aditivos de aclarado, tales como suavizantes de tejidos y similares, y son adecuados para su encapsulación en una película de acuerdo con la divulgación del presente documento.

Métodos de uso

Las películas y artículos que se describen en el presente documento, así como las composiciones contenidas en los mismos, pueden usarse para tratar un sustrato, por ejemplo, tejido o una superficie dura, por ejemplo, poniendo en contacto el sustrato con la película, artículo y/o composición contenida en los mismos. La etapa de puesta en contacto puede realizarse manualmente o en una máquina automática, por ejemplo, una lavadora automática (de carga superior o frontal) o un lavavajillas automático. La etapa de puesta en contacto puede producirse en presencia de agua, que puede estar a una temperatura de hasta aproximadamente 80 °C, o hasta aproximadamente 60 °C, o hasta aproximadamente 40 °C, o hasta aproximadamente 30 °C, o hasta aproximadamente 20 °C, o hasta aproximadamente 15 °C, o hasta aproximadamente 10 °C, o hasta aproximadamente 5 °C. Como se ha indicado anteriormente, las presentes películas y artículos fabricados a partir de la misma son especialmente adecuados para la disolución en agua fría y, por tanto, proporcionan beneficios en los lavados en agua fría (por ejemplo, de aproximadamente 1 °C a aproximadamente 30 °C, o de aproximadamente 5 °C a aproximadamente 20 °C). La etapa de puesta en contacto puede ir seguida de un ciclo de aclarado múltiple o incluso de un ciclo de aclarado único; debido a que la película tiene buenas propiedades de disolución, se necesita menos agua para disolver la película y/o liberar el contenido que contiene la misma.

Ejemplos de aspectos especialmente contemplados (A1, A2, etc.) de las películas y los métodos descritos en el presente documento se proporcionan a continuación.

A1. Una película que comprende una mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico (PVOH) diferentes, que

- comprende (a) del 10 % al 50 % en peso de la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes de un primer polímero de alcohol polivinílico que comprende al menos dos monómeros, comprendiendo el primer monómero una unidad monomérica derivada de ácido maleico, comprendiendo un segundo monómero una unidad monomérica de alcohol vinílico y, opcionalmente, comprendiendo un tercer monómero una unidad monomérica de acetato de vinilo, la cantidad de unidades monoméricas derivadas de ácido maleico está entre el 3 % en moles y el 6 % en moles del primer polímero de alcohol polivinílico; y (b) del 50 % al 90 % en peso de la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes de un segundo polímero de alcohol polivinílico que consiste en unidades monoméricas de alcohol vinílico y (opcionalmente) unidades monoméricas de acetato de vinilo.
- 5
- 10 A2. La película de A1 en la que la viscosidad del segundo polímero de alcohol polivinílico es de aproximadamente 3,0 a aproximadamente 40,0 cP o de aproximadamente 7,0 a aproximadamente 35,0 cP o de aproximadamente 10,0 a aproximadamente 30,0 cP o 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40 cP.
- 15 A3. La película de A1 o A2 en la que el GH del segundo polímero de alcohol polivinílico está en un intervalo de aproximadamente el 60 % a aproximadamente el 99 % o de aproximadamente el 80 % a aproximadamente el 98 % o de aproximadamente el 83 % a aproximadamente el 95 %, o de aproximadamente el 84 % a aproximadamente el 90 % o de aproximadamente el 85 % a aproximadamente el 92 %.
- 20 A4. La película de uno cualquiera de A1 a A3 en la que el primer polímero de alcohol polivinílico comprende una unidad monomérica derivada de ácido maleico de aproximadamente el 3 % en moles a aproximadamente el 5 % en moles, de aproximadamente el 3,5 % en moles a aproximadamente el 4,5 % en moles o de aproximadamente el 4 % en moles a aproximadamente el 4,5 % en moles.
- 25 A5. La película de uno cualquiera de A1 a A4 en la que el primer polímero de alcohol polivinílico tiene una viscosidad entre aproximadamente 10 cP y aproximadamente 30 cP, de aproximadamente 12 cP a aproximadamente 25 cP, de aproximadamente 14 cP a aproximadamente 20 cP, de aproximadamente 15 y de aproximadamente 20 cP o entre 15 y de aproximadamente 18 cP.
- 30 A6. La película de uno cualquiera de A1 a A5 en la que la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes tiene una viscosidad de mezcla de aproximadamente 10,0 a aproximadamente 25,0 cP o de aproximadamente 12,0 a aproximadamente 20,0 cP o de aproximadamente 13,0 a aproximadamente 16,0 cP o de aproximadamente 14,0 a aproximadamente 15,5 cP.
- 35 A7. La película de uno cualquiera de A1 a A6 en la que el primer polímero de alcohol polivinílico comprende una primera viscosidad (μ_1) entre aproximadamente 10 cP y aproximadamente 30 cP y el segundo polímero de alcohol polivinílico comprende una segunda viscosidad (μ_2) de aproximadamente 40 cP o menos.
- 40 A8. La película de A7 en la que $|\mu_2 - \mu_1|$ está en un intervalo de aproximadamente 0 cP a aproximadamente 10 cP, de aproximadamente 0 cP a aproximadamente 5 cP.
- A9. La película de uno cualquiera de A1 a A8 en la que el segundo polímero de alcohol polivinílico comprende al menos dos homopolímeros de alcohol polivinílico diferentes.
- 45 A10. La película de uno cualquiera de A1 a A9 en la que la película comprende un espesor de aproximadamente 50 a 80 μm .
- A11. La película de uno cualquiera de A1 a A10 en la que la película hidrosoluble comprende además uno o más componentes seleccionados entre el grupo que consiste en plastificantes, compatibilizadores de plastificantes, lubricantes, agentes de liberación, cargas, expansores, agentes de reticulación, agentes antibloqueo, antioxidantes, agentes antipegajosidad, antiéspumantes, nanopartículas, agentes blanqueadores, tensioactivos y combinaciones de los mismos.
- 50
- 55 A12. Un paquete hecho de una o más películas de uno cualquiera de A1 a A11.
- A13. Un método para fabricar una película hidrosoluble que comprende las etapas de:
- (a) mezclar una mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico (PVOH) diferentes en un disolvente, comprendiendo la mezcla:
- 60
- (i) del 10 % al 50 % en peso de la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes de un primer polímero de alcohol polivinílico que comprende al menos dos monómeros, comprendiendo el primer monómero una unidad monomérica derivada de ácido maleico, comprendiendo un segundo monómero una unidad monomérica de alcohol vinílico y, opcionalmente, comprendiendo un tercer monómero una unidad monomérica de acetato de vinilo, la cantidad de unidades monoméricas derivadas de ácido maleico está entre el 3 % en moles y el 6 % en moles del primer polímero de alcohol polivinílico; y (b) del 50 % al 90 % en peso
- 65

de la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes de un segundo polímero de alcohol polivinílico que consiste en unidades monoméricas de alcohol vinílico y (opcionalmente) unidades monoméricas de acetato de vinilo,

5 para formar una solución de fundición

(b) dosificar la solución de fundición sobre una superficie,

10 (c) permitir que la solución de fundición se seque sustancialmente para formar una película de fundición y

(d) retirar la película de fundición resultante de la superficie de fundición.

15 A14. El método de A13 en el que la solución de fundición comprende además uno o más componentes seleccionados entre el grupo que consiste en plastificantes, compatibilizadores de plastificantes, lubricantes, agentes de liberación, cargas, expansores, agentes de reticulación, agentes antibloqueo, antioxidantes, agentes antipegajosidad, antiespumantes, nanopartículas, agentes blanqueadores, tensioactivos y combinaciones de los mismos.

Ejemplos

20 Los siguientes ejemplos se proporcionan con fines ilustrativos y no están destinados a limitar el alcance de la invención.

25 En los siguientes ejemplos, las mezclas de resinas de PVOH tienen las propiedades descritas en la Tabla 2 más adelante. Las películas incluían (i) sus respectivas mezclas de resinas de PVOH (100 partes en peso), (ii) plastificante de glicerina (15,6 phr), (iii) plastificante de sorbitol (9,2 phr), (iv) plastificante de dipropilenglicol (9,2 phr), (v) tensioactivos y otros adyuvantes del proceso (aproximadamente 5-7 phr) y (vi) agua residual.

Tabla 2

Película	µm	Monómero derivado de ácido maleico PVOH*	Poval 13-88	Poval 18-88	Tipo de plastificante (PHR)	Promedio de LOS restos de CD (%)	Desv. típica de los restos de CD (%)	LLD Sumergido (7 días, 38 °C) Promedio de los restos de CD (%)	LLD sumergido (7 días, 38 °C) Desv. típica de los restos de CD (%)
A1	76	70	30		G,S,DPG@34	17,92	1,12	11,17	7,88
A2	76	50	50		G,S,DPG@34	31,32	1,77	36,7	1,07
A3	76	30	70		G,S,DPG@34	42,56	1,25	46,99	3,81
B1	76	70		30	G,S,DPG@34	29,74	0,44	14,19	3,68
B2	76	50		50	G,S,DPG@34	43,56	1,94	38,49	9,3
B3	76	30		70	G,S,DPG@34	52,08	2,4	53,47	2,71

*De acuerdo con el párrafo [0046] como la sal de sodio del mismo

G = glicerina,

S = sorbitol

DPG = dipropilenglicol

Tabla 3

Película	µm	Monómero derivado de ácido maleico PVOH*	Pov al 13-88	Poval 18-88	Tipo de plastificante (PHR)	TS promedio (Mpa)	Desv. típica de TS (Mpa)	LLD Sumergido (7 días, 38 °C) TS Promedio. (Mpa)	LLD Sumergido (7 días, 38 °C) Desv. típica de TS (Mpa)
A1	76	70	30		G,S,DPG @ 34	36,6	0,3	31,8	4,4
A2	76	50	50		G,S,DPG @ 34	36,1	0,5	31,7	3,5
A3	76	30	70		G,S,DPG @ 34	34,3	1,1	30,8	1,4
B1	76	70		30	G,S,DPG @ 34	37,1	1,1	33,8	4
B2	76	50		50	G,S,DPG @ 34	36,8	1,1	35,6	1,8
B3	76	30		70	G,S,DPG @ 34	35,8	0,7	33,4	3,4

*De acuerdo con el párrafo [0046] como la sal de sodio del mismo

5 Como puede verse anteriormente, existe una tendencia a tener mayores niveles de un monómero derivado de ácido maleico que contiene PVOH en la mezcla de resina de PVOH, siendo favorables números de restos de la CD más bajos y siendo favorables números de TS más altos. Sin embargo, no todas las propiedades de la película mejoran con mayores niveles de un monómero derivado de ácido maleico que contiene PVOH en la mezcla de resina de PVOH.

10 Como se muestra en la figura 1, se ha descubierto que existe una tendencia a un aumento de la resistencia de la bolsa de las mezclas de resinas de PVOH de A1-A3 y B1-B3 a medida que se reduce la cantidad de monómero derivado de ácido maleico en la mezcla de resinas de PVOH. Como tal, dado que la solubilidad de las películas con las mismas mezclas de resinas de PVOH aumenta a medida que aumenta la cantidad de PVOH modificado con ácido maleico en la mezcla, se optimiza un equilibrio de las propiedades físicas deseadas para llegar a la solubilidad deseada (resto de la CD) y durabilidad (resistencia de la bolsa).

15 La descripción anterior se proporciona únicamente para la claridad de la comprensión y no se deben entender limitaciones innecesarias a partir de ella, ya que las modificaciones dentro del alcance de la invención pueden ser evidentes para los expertos en la materia.

20 A lo largo de la presente memoria descriptiva y de las reivindicaciones siguiente, a menos que el contexto requiera otra cosa, se entenderá que la palabra "comprender", y variaciones tales como "comprende" y "que comprende", implica la inclusión de un elemento integrante o etapa o grupo de elementos integrantes o etapas, pero no la exclusión de ningún otro elemento integrante o etapa, o grupo de elementos integrantes o etapas.

25 A lo largo de la memoria descriptiva, donde se describe que las composiciones incluyen componentes o materiales, se contempla que las composiciones también pueden consistir esencialmente en, o consistir en, cualquier combinación de los componentes o materiales mencionados, a menos que se describa lo contrario. Del mismo modo, donde los métodos se describen como que incluyen etapas concretas, se contempla que los métodos también pueden consistir esencialmente en, o consistir en, cualquier combinación de las etapas mencionadas, a menos que se describa lo contrario. La invención desvelada de forma ilustrativa en el presente documento puede ponerse en práctica de forma adecuada en ausencia de cualquier elemento o elementos, limitación o limitaciones, que no se desvele de forma específica en el presente documento.

35 La práctica de un método desvelado en el presente documento y las etapas individuales del mismo, puede realizarse manualmente y/o con la ayuda o automatización proporcionada por equipos electrónicos. Aunque los procesos se han descrito con referencia a realizaciones particulares, un experto en la técnica apreciará fácilmente que se pueden usar otras formas de realizar los actos asociados a los métodos. Por ejemplo, se puede cambiar el orden de varias de las etapas. Asimismo, algunas de las etapas individuales se pueden combinar, omitir o subdividir en etapas adicionales.

REIVINDICACIONES

1. Una película que comprende una mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico (PVOH) diferentes, que comprende
- 5 a. del 10 % al 50 % en peso de la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes de un primer polímero de alcohol polivinílico que comprende al menos dos monómeros, comprendiendo el primer monómero una unidad monomérica derivada de ácido maleico, comprendiendo un segundo monómero una unidad monomérica de alcohol vinílico y, opcionalmente, comprendiendo un tercer monómero una unidad monomérica de acetato de vinilo, la cantidad de unidades monoméricas derivadas de ácido maleico está entre el 3 % en moles y el 6 % en moles del primer polímero de alcohol polivinílico.
- 10 b. del 50 % al 90 % en peso de la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes de un segundo polímero de alcohol polivinílico que consiste en unidades monoméricas de alcohol vinílico y, opcionalmente, unidades monoméricas de acetato de vinilo.
- 15 2. La película de la reivindicación 1, en la que la viscosidad del segundo polímero de alcohol polivinílico, según se determina midiendo una solución recién preparada de una solución acuosa de alcohol polivinílico al 4 % a 20 °C usando un viscosímetro tipo Brookfield LV con adaptador UL como se describe en la norma británica EN ISO 15023-2:2006 Anexo E Método de ensayo Brookfield, es de 3,0 a 40,0 cP o de 7,0 a 35,0 cP o de 10,0 a 30,0 cP o 13, 14, 20 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40 cP.
3. La película de una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en la que el grado de hidrólisis (GH) del segundo polímero de alcohol polivinílico está en un intervalo del 60 % en moles al 99 % en moles, del 80 % en moles al 98 % en moles, del 83 % en moles al 95 % en moles, del 84 % en moles al 90 % en moles o del 85 % en moles al 92 % en moles.
- 25 4. La película de una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que el primer polímero de alcohol polivinílico comprende una unidad monomérica derivada de ácido maleico del 3 % en moles al 5 % en moles, del 3,5 % en moles al 4,5 % en moles o del 4 % en moles al 4,5 % en moles.
- 30 5. La película de una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en la que el primer polímero de alcohol polivinílico tiene una viscosidad, según se determina midiendo una solución recién preparada de una solución acuosa de alcohol polivinílico al 4 % a 20 °C usando un viscosímetro tipo Brookfield LV con adaptador UL como se describe en la norma británica EN ISO 15023-2:2006 Anexo E Método de ensayo Brookfield, entre 10 cP y 30 cP, de 12 cP a 25 cP, de 35 14 cP a 20 cP, de 15 y 20 cP o entre 15 y 18 cP.
6. La película de una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en la que la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes tiene una viscosidad de mezcla, según se determina midiendo una solución recién preparada de una solución acuosa de alcohol polivinílico al 4 % a 20 °C usando un viscosímetro tipo Brookfield LV con adaptador UL como se describe en la norma británica EN ISO 15023-2:2006 Anexo E Método de ensayo Brookfield, de 10,0 a 40 25,0 cP o de 12,0 a 20,0 cP o de 13,0 a 16,0 cP o de 14,0 a 15,5 cP.
7. La película de una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en la que el primer polímero de alcohol polivinílico comprende una primera viscosidad (μ_1), según se determina midiendo una solución recién preparada de una solución acuosa de alcohol polivinílico al 4 % a 20 °C usando un viscosímetro tipo Brookfield LV con Adaptador UL como se describe en la norma británica EN ISO 15023-2:2006 Anexo E Método de ensayo Brookfield, entre 10 cP y 30 cP y el 45 segundo polímero de alcohol polivinílico comprende una segunda viscosidad (μ_2), según se determina midiendo una solución recién preparada de una solución acuosa de alcohol polivinílico al 4 % a 20 °C usando un viscosímetro tipo Brookfield LV con adaptador UL como se describe en la norma británica EN ISO 15023-2:2006 Anexo E Método de ensayo Brookfield, de 40 cP o menos.
- 50 8. La película de la reivindicación 7, en la que $|\mu_2 - \mu_1|$ está en un intervalo de 0 cP a 10 cP, preferentemente de 0 cP a 5 cP.
9. La película de una cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en la que el segundo polímero de alcohol polivinílico comprende al menos dos homopolímeros de alcohol polivinílico diferentes.
- 55 10. La película de una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en la que la película comprende un espesor de 50 a 80 μm .
- 60 11. La película de una cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en la que la película hidrosoluble comprende además uno o más componentes seleccionados entre el grupo que consiste en plastificantes, compatibilizadores de plastificantes, lubricantes, agentes de liberación, cargas, expansores, agentes de reticulación, agentes antibloqueo, antioxidantes, agentes antipegajosidad, antiespumantes, nanopartículas, agentes blanqueadores, tensioactivos y combinaciones de los mismos.
- 65 12. Un paquete hecho de una o más películas de una cualquiera de las reivindicaciones 1-11.

13. Un método para fabricar una película hidrosoluble, que comprende las etapas de:

5 a. mezclar una mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico (PVOH) diferentes en un disolvente, comprendiendo la mezcla:

10 i. del 10 % al 50 % en peso de la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes de un primer polímero de alcohol polivinílico que comprende al menos dos monómeros, comprendiendo el primer monómero una unidad monomérica derivada de ácido maleico, comprendiendo un segundo monómero una unidad monomérica de alcohol vinílico y, opcionalmente, comprendiendo un tercer monómero una unidad monomérica de acetato de vinilo, la cantidad de unidades monoméricas derivadas de ácido maleico está entre el 3 % en moles y el 6 % en moles del primer polímero de alcohol polivinílico; y

15 ii. del 50 % al 90 % en peso de la mezcla de al menos dos polímeros de alcohol polivinílico diferentes de un segundo polímero de alcohol polivinílico que consiste en unidades monoméricas de alcohol vinílico y, opcionalmente, unidades monoméricas de acetato de vinilo para formar una solución de fundición

b. dosificación de la solución de fundición sobre una superficie,

c. permitir que la solución de fundición se seque sustancialmente para formar una película fundida y

20 d. retirar la película de fundición resultante de la superficie de fundición.

14. El método de la reivindicación 13, en el que la solución de fundición comprende además uno o más componentes seleccionados entre el grupo que consiste en plastificantes, compatibilizadores de plastificantes, lubricantes, agentes de liberación, cargas, expansores, agentes de reticulación, agentes antibloqueo, antioxidantes, agentes antipegajosidad, antiespumantes, nanopartículas, agentes blanqueadores, tensioactivos y combinaciones de los mismos.

25

Gráfica de intervalo de la resistencia de la bolsa frente al PVOH modificado con ácido maleico
IC 95 % para la media

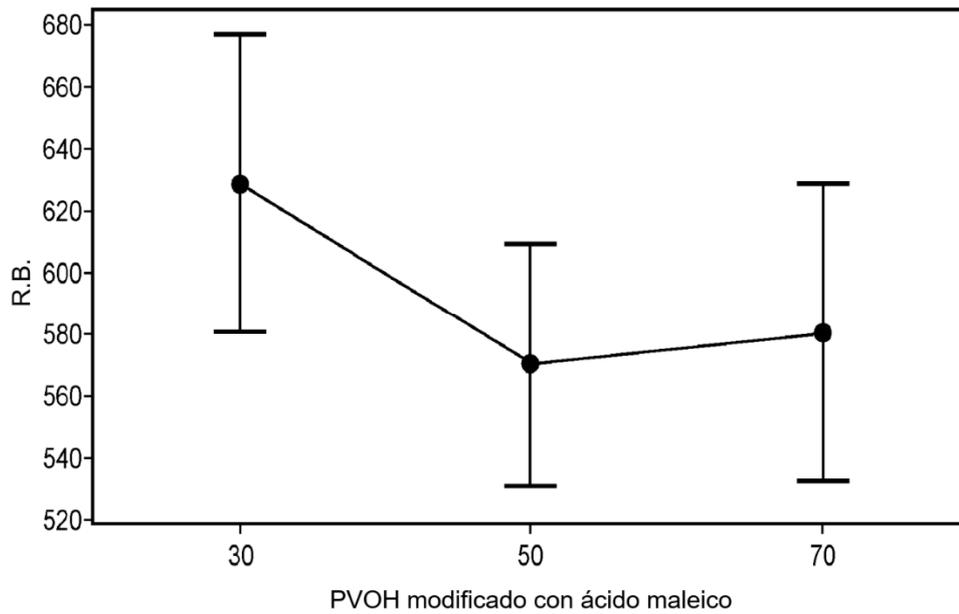


FIG. 1

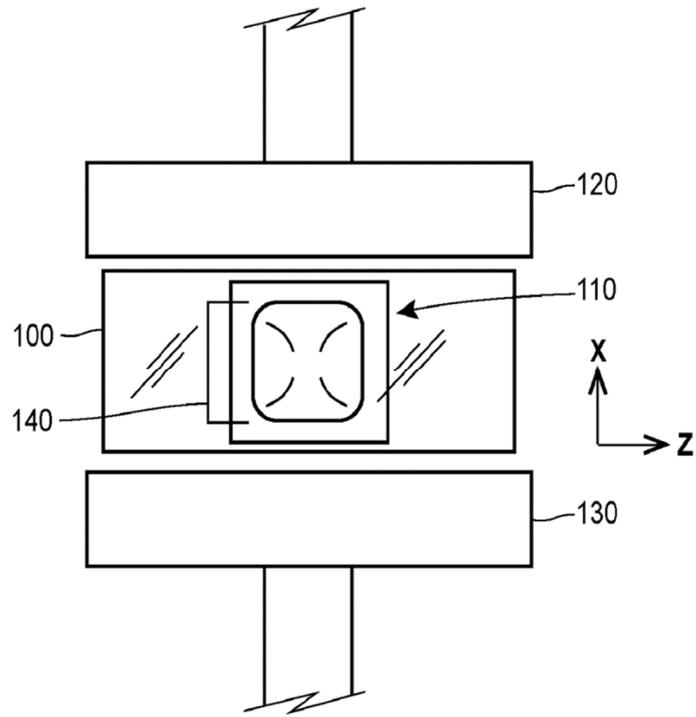


FIG. 2

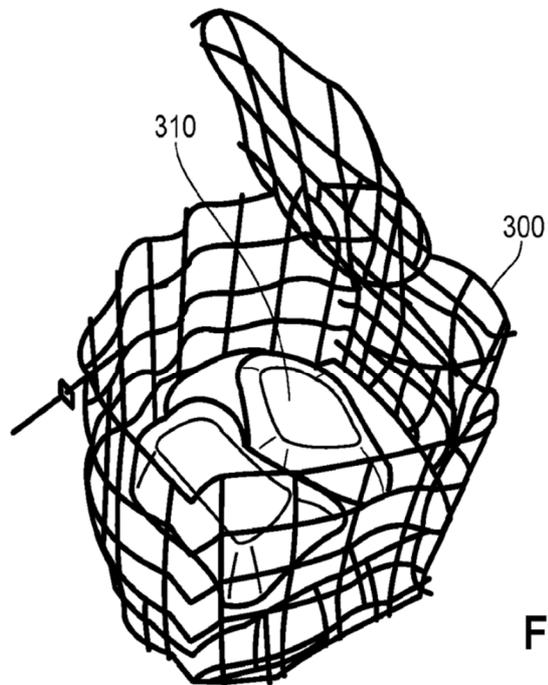


FIG. 3

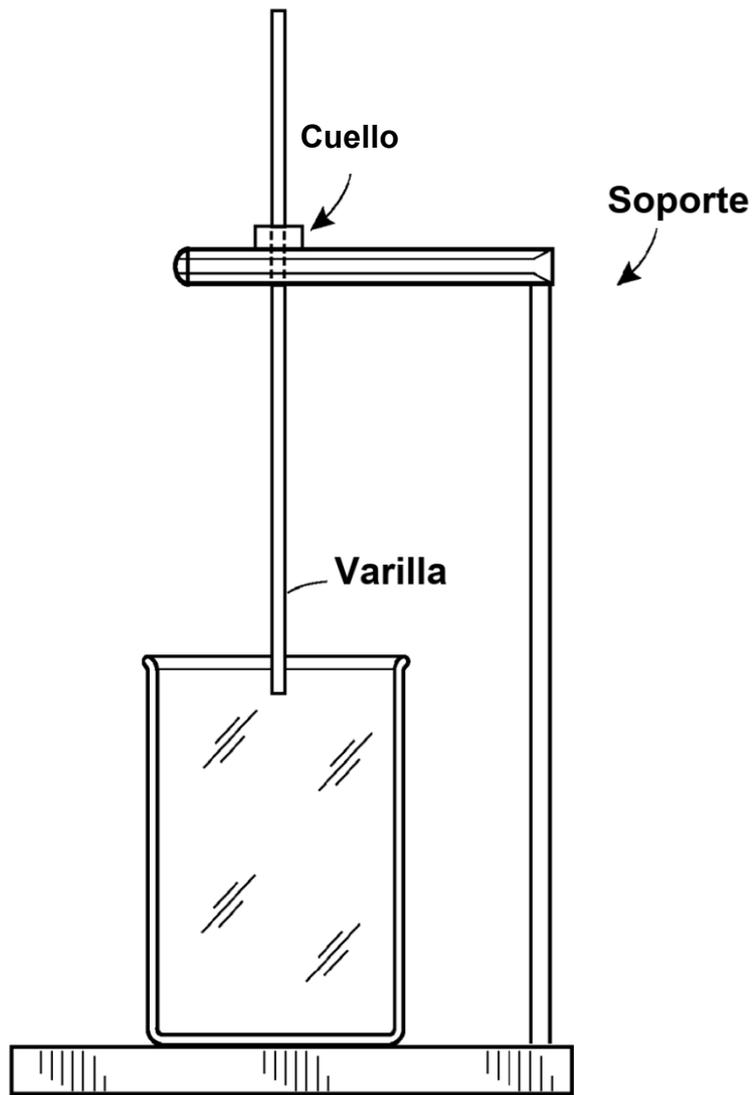


FIG. 4