

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 380 633**

51 Int. Cl.:
B29C 49/06 (2006.01)
C08K 5/00 (2006.01)
B29C 49/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **05825220 .6**
96 Fecha de presentación: **21.12.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1827796**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **05.09.2007**

54 Título: **Procedimiento de preparación de botellas mediante moldeo por inyección , estirado y soplado de composiciones de polipropileno y agentes nucleantes sin sorbitol**

30 Prioridad:
21.12.2004 EP 04106762

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
17.05.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
17.05.2012

73 Titular/es:
**TOTAL PETROCHEMICALS RESEARCH FELUY
SOCIÉTÉ INDUSTRIELLE C
B-7181 SENEFFE (FELUY), BE**

72 Inventor/es:
**SMITS, Valérie;
HUMBEECK, Emmanuel y
ROEGIERS, Kristien**

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 380 633 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

Procedimiento de preparación de botellas mediante moldeo por inyección, estirado y soplado de composiciones de polipropileno y agentes nucleantes sin base de sorbitol

5 La presente invención se refiere al campo de botellas biorientadas que tienen alta transparencia y preparadas a partir de composiciones que comprenden polipropileno (PP) y agentes nucleantes inorgánicos.

En la actualidad, el material más común usado en el moldeo por inyección, estirado y soplado (ISBM) es tereftalato de polietileno (PET). Tiene la ventaja de conseguir un tiempo de ciclo muy corto del orden de 1500 botellas por cavidad por hora y ofrece la ventaja adicional de tener excelentes propiedades ópticas. Tiene el considerable inconveniente de ser muy costoso.

10 Alternativamente pueden usarse otros materiales termoplásticos tales como por ejemplo cloruro de polivinilo (PVC), poliestireno, acrilonitrilo, polipropileno y acetales. Entre estos, se ha usado el polipropileno preparado con el sistema catalizador Ziegler-Natta. Con el fin de obtener la transparencia deseada, estas resinas se aclaran con sorbitoles y la temperatura de fusión de la inyección para la producción de la preforma debe ser muy alta. Esto tiene un impacto negativo sobre el tiempo del ciclo y los costes.

15 De este modo, existe la necesidad de sustituir las resinas costosas PET por otras resinas que no sufran los inconvenientes del polipropileno aclarado con sorbitol preparado con un sistema catalizador Ziegler-Natta.

Es un objetivo de la presente invención proporcionar resinas que se procesen a una temperatura reducida para la producción de la preforma mientras se mantiene una buena transparencia de las botellas finales.

20 Es también un objetivo de la presente invención proporcionar resinas que puedan procesarse para la inyección de la preforma con un tiempo de ciclo muy corto.

Es otro objetivo de la presente invención proporcionar resinas que puedan usarse para preparar preformas que tengan excelentes propiedades ópticas después del biestirado.

Es otro objetivo de la presente invención proporcionar resinas que tengan una amplia ventana de procedimiento en el moldeo por inyección, estirado y soplado.

25 Por consiguiente, la presente invención proporciona preformas y botellas producidas por moldeo por inyección, estirado y soplado (ISBM) preparadas a partir de composiciones consistentes en polipropileno y un agente nucleante o clarificante inorgánico sin sorbitol.

30 Las preformas se preparan inyectando la resina a una temperatura que puede ser inferior a la típicamente usada con resinas de polipropileno. Es al menos 10 °C, preferentemente 20 °C, más baja que la usada en la producción de la técnica anterior. Las temperaturas de inyección típicas de la preforma son de 210 a 235 °C, más preferentemente de 210 a 220 °C, más preferentemente de aproximadamente 215 °C.

35 El polipropileno usado en la presente invención puede ser homopolímero o un copolímero aleatorio de propileno preparado con un sistema catalizador Ziegler-Natta. Preferentemente, tiene un índice de fluidez de 2 a 100 g/10 min y preferentemente de 10 a 20 g/10 min. Cuando es un copolímero de propileno, el comonomero preferente es etileno y la cantidad de etileno presente en la resina es de hasta el 20% del peso, en base al peso del polímero, para copolímeros en bloque y de hasta el 10% del peso, preferentemente de hasta el 4% del peso para copolímeros aleatorios. La cantidad de etileno en el copolímero se mide a través de NMR.

El índice de fluidez en fundido IF se mide usando los procedimientos de la prueba convencional ISO 1133 a 230 °C para resinas de polipropileno y bajo una carga de 2,16 kg.

40 Los agentes nucleantes pueden usarse a una temperatura reducida de inyección de la preforma de la presente invención sin reducir las propiedades ópticas de los artículos finalizados, y seleccionarse de sales de sodio, sales de litio, sales de fosfato, sales de aluminio, benzoato de sodio o litio, talco o combinaciones de los mismos.

La cantidad de agente nucleante varía con la naturaleza del agente: Es de hasta 10000 ppm, preferentemente de hasta 2000 ppm y en algunos casos de menos de 1000 ppm.

45 **Lista de figuras**

La Figura 1 representa un diseño típico de preforma.

La Figura 2 representa un perfil típico de temperatura de preforma después de un recalentamiento durante la etapa de estirado.

50 El moldeo por inyección, estirado y soplado se realiza en un procedimiento de dos etapas en dos lugares separados. Comprende las etapas de:

- proporcionar una preforma mediante moldeo por inyección en un molde con múltiples cavidades;
- enfriar la preforma a temperatura ambiente;
- transportar la preforma a la máquina de moldeo por soplado;
- recalentar la preforma en la máquina de moldeo por soplado en un horno de calor radiante reflectante siguiendo un perfil de temperatura predeterminada para la preforma;
- opcionalmente, pasar la preforma calentada a través de una zona de equilibrio para permitir que el calor se disperse uniformemente a través de la pared de la preforma;
- estirar la preforma axialmente mediante una varilla central;
- orientar la preforma estirada radialmente mediante aire de alta presión.

10 En este procedimiento, la etapa de estirado es la etapa crítica ya que requiere un recalentamiento de la preforma: de este modo se necesita una optimización de la preforma. Un ejemplo típico de diseño de preforma se muestra en la figura 1.

15 Las preformas se recalientan en un horno infrarrojo siguiendo un perfil de calentamiento tal como el mostrado por ejemplo en la figura 2. Las temperaturas para el recalentamiento son de desde 90 a 140 °C como se muestra en la figura 2.

El estirado se realiza después bajo una presión de soplado de 12 a 18 bares y más preferentemente de aproximadamente 15 bares y con una velocidad de la varilla de estirado de 1400 a 1800 mm/s y más preferentemente de aproximadamente 1600 mm/s.

20 Las botellas preparadas de acuerdo con la presente invención pueden usarse en varias aplicaciones alimentarias y no alimentarias y en aplicaciones de llenado en caliente. Las aplicaciones alimentarias comprenden el almacenaje de agua, zumos, aceite, bebidas de sabores sin gas, bebidas isotónicas, productos secos, leche fresca y comida sólida. Las aplicaciones no alimentarias comprenden el almacenaje de productos cosméticos y farmacéuticos, detergente para lavavajillas y lavadora, productos químicos domésticos y productos secos.

Ejemplos

25 Se probaron varios copolímeros de propileno. Todos se prepararon con un sistema catalizador Ziegler-Natt y sus propiedades y contenido comonomérico se resumen en la Tabla I. Se les añadieron aditivos tales como antioxidantes comerciales y un paquete antiácido y además varios agentes nucleantes inorgánicos: su naturaleza y cantidad también se especifican en la Tabla I. Las resinas R1 a R3 fueron resinas comparativas, y la resina R4 se preparó de acuerdo con la presente invención.

30 **TABLA I**

Resina	R1	R2	R3	R4
IF (dg/min)	11,4	11	9,4	11
C2 (%)	3,3	3,1	3,8	3,1
Agente nucleante	Ninguno	Irgaclear D1	Millad 3899	Na-21
Cantidad NA (%)	0	2200	1900	1400

35 La etapa de inyección de la preforma se realizó sobre una prensa Arburg usando respectivamente temperaturas de inyección de 215 °C y 235 °C. La etapa de soplado se hizo sobre una máquina separada de moldeo por inyección, estirado y soplado. La etapa de recalentamiento se hizo en un horno infrarrojo de acuerdo con un perfil mostrado en la figura 2 y el número de botellas producidas por hora y por cavidad fue de 1200. El perfil de la temperatura fue el mismo para todas las preformas probadas.

Los resultados de claridad óptica se muestran en la Tabla II para las diferentes temperaturas de inyección de la preforma.

TABLA II

Temperatura de inyección de la preforma	R1	R2	R3	R4
215 °C	15%	25,6%	22,1%	8,1%
235 °C	4,1%	5,2%	6,3%	5,7%

40

5 Como puede verse a partir de estos resultados, todos los agentes nucleantes actuaron bien y de manera similar a la temperatura de inyección de la preforma de 235 °C y dieron excelentes valores de claridad óptica. Cuando la temperatura de inyección de la preforma se redujo a 215 °C, los valores de claridad óptica se volvieron prohibitivamente altos para todas las resinas de polipropileno a las que no se les añadió aditivos, tales como agentes nucleantes de sorbitol. Las resinas de acuerdo con la presente invención mantuvieron excelentes valores de claridad óptica cuando las preformas se inyectaron a una temperatura de 215 °C, por lo tanto 20 °C menos que las temperaturas típicas. Esto dio como resultado considerables ahorros en tiempo y energía.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación de botellas con un sistema de dos máquinas que comprende las etapas de:
- a. proporcionar una composición que comprende polipropileno, preparada con un sistema catalizador Ziegler-Natta y un agente nucleante o clarificante sin sorbitol;
 - 5 b. preparar una preforma mediante moldeo por inyección sobre un molde con múltiples cavidades a una temperatura de inyección de 210 a 235 °C.;
 - c. enfriar la preforma a temperatura ambiente;
 - d. transportar la preforma a la máquina de moldeo por soplado;
 - 10 e. recalentar la preforma en la máquina de moldeo por soplado a una temperatura de 90 a 140 °C, siguiendo un perfil de temperatura predeterminada;
 - f. opcionalmente, pasar la preforma recalentada a través de una zona de equilibrio;
 - g. estirar la preforma axialmente con una varilla de estirado a una velocidad de 1400 a 1800 mm/s;
 - h. soplar la preforma estirada radialmente con una presión de aire de 12 a 18 bares;
 - i. recuperar las botellas con valores bajos de claridad óptica.
- 15 2. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que la resina tiene un índice de fluidez de 10 a 20 dg/min.
3. El procedimiento de la reivindicación 1 o reivindicación 2 en el que la cantidad de agente nucleante o clarificante sin sorbitol es de hasta 10000 ppm.
4. El procedimiento de la reivindicación 3 en el que la cantidad de agente nucleante o clarificante sin base de sorbitol es de hasta 2000 ppm.
- 20 5. El procedimiento de un cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en el que el agente nucleante o clarificante sin sorbitol se selecciona de sales de sodio, sales de litio, sales de fosfato, sales de aluminio, benzoato de litio o sodio, talco, o combinaciones de los mismos.
6. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que el propileno es un homo o copolímero de propileno.
- 25 7. El procedimiento de la reivindicación 6 en el que el polipropileno es un copolímero en bloque de propileno, en el que el comonomero es etileno y en el que la cantidad de comonomero es de hasta el 20% en peso en base al peso del copolímero en bloque.
8. El procedimiento de la reivindicación 6 en el que el polipropileno es un copolímero aleatorio de propileno, en el que el comonomero es etileno y en el que la cantidad de comonomero es de hasta el 10% en peso, en base al peso del copolímero aleatorio.
- 30 9. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la temperatura de inyección de la preforma es de 210 a menos de 235 °C.
10. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que además comprende la etapa de
- 35 j. usar dichas botellas para aplicaciones de llenado en caliente.

FIGURA 1

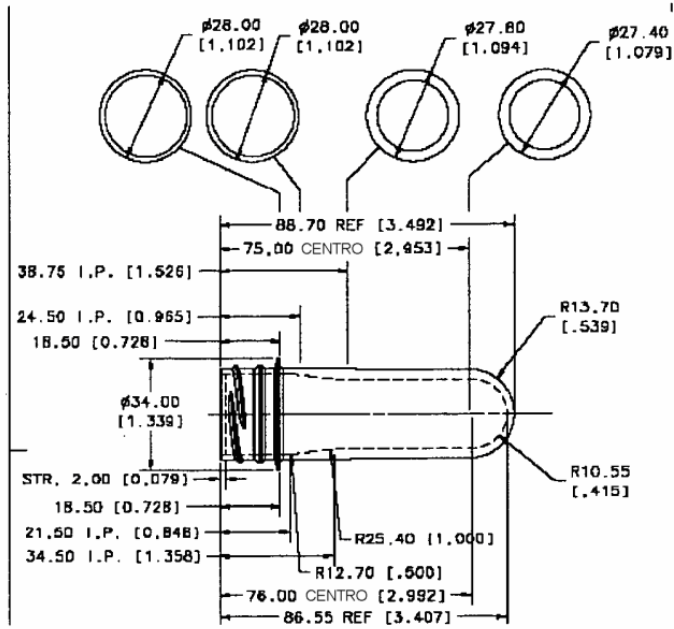


FIGURA 2

