

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 531 469**

51 Int. Cl.:

C08L 23/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.11.2012 E 12194871 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.01.2015 EP 2738216**

54 Título: **Composición blanda de polipropileno con bajo contenido de solubles en n-hexano**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.03.2015

73 Titular/es:

**BOREALIS AG (100.0%)
IZD Tower Wagramerstrasse 17-19
1220 Vienna, AT**

72 Inventor/es:

**PHAM, TUNG y
KULSHRESHTA, BHAWNA**

74 Agente/Representante:

MIR PLAJA, Mireia

ES 2 531 469 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

Composición blanda de polipropileno con bajo contenido de solubles en n-hexano

5 **[0001]** La presente invención se refiere a una nueva composición blanda de polipropileno con bajo contenido de solubles en n-hexano y se refiere también a artículos realizados a partir de la misma.

10 **[0002]** Los polímeros se usan cada vez más en diferentes aplicaciones con un cierto nivel de exigencia. Al mismo tiempo se produce una búsqueda continua de composiciones personalizadas que cumplan los requisitos de estas aplicaciones. Las exigencias pueden ser conflictivas, ya que muchas propiedades del polímero presentan una interrelación directa o indirecta. Por ejemplo en el campo del moldeo por inyección, en particular de tubos blandos moldeables por inyección para aplicaciones de envasado alimenticio, cosmético o farmacéutico, se desea obtener un equilibrio óptimo de propiedades de procesabilidad y aspecto, cumpliendo así todos los requisitos regulatorios.

15 **[0003]** Los sistemas heterofásicos son conocidos por su buen comportamiento ante los impactos. Los copolímeros de propileno heterofásicos son bien conocidos en la técnica. Dichos copolímeros de propileno heterofásicos comprenden una matriz que es o bien un homopolímero de propileno o bien un copolímero de propileno aleatorio en el cual se dispersa un copolímero elastomérico. Así, la matriz de polipropileno contiene inclusiones dispersadas (finamente) que no forman parte de la matriz y dichas inclusiones contienen el copolímero elastomérico. El término inclusión indica que
20 la matriz y la inclusión forman fases diferentes dentro del copolímero de propileno heterofásico, siendo visibles, por ejemplo, dichas inclusiones por microscopía de alta resolución, tal como microscopía electrónica o microscopía de fuerzas de barrido.

25 **[0004]** Por consiguiente, el objetivo de la siguiente invención es proporcionar una composición polimérica blanda con un equilibrio óptimo de procesabilidad, blandura, transparencia y bajo contenido de extraíbles en n-hexano.

[0005] El hallazgo de la presente invención es la provisión de una mezcla bifásica de homopolímero de polipropileno con elastómero termoplástico de alto peso molecular.

30 **[0006]** Por consiguiente, la presente invención se refiere a una composición de polipropileno que tiene un índice de fluidez MFR₂ (230 °C), medido de acuerdo con la ISO 1133, de por lo menos 85 g/10 min, comprendiendo dicha composición una mezcla bifásica de

35 (a) una matriz de homopolímero de polipropileno (PM) que tiene un índice de fluidez MFR₂ (230 °C), medido de acuerdo con la ISO 1133, de por lo menos 400 g/10 min, y

(b) entre un 25 y un 45% en peso de un elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) que tiene un índice de fluidez MFR₂ (230 °C), medido de acuerdo con la ISO 1133, de como mucho 17 g/10 min, dispersado en la
40 matriz polimérica de polipropileno (PM).

45 **[0007]** Se ha observado sorprendentemente que la mezcla bifásica de homopolímero de polipropileno con elastómero termoplástico de alto peso molecular (PTE) según la presente invención proporciona un equilibrio óptimo de procesabilidad, blandura, transparencia y bajo contenido de extraíbles en n-hexano, permitiendo así que la resina se use en aplicaciones de envasado alimenticio. El material es ideal para artículos moldeables por inyección, en particular para producir tubos blandos moldeables por inyección para aplicaciones de envasado alimenticio. El material también se puede usar para envasado cosmético y farmacéutico.

[0008] A continuación se define la invención de forma más detallada.

50 Composición de polipropileno

[0009] Tal como se ha indicado anteriormente, la presente composición de polipropileno se caracteriza por un índice de fluidez bastante alto. Por consiguiente, se prefiere que la presente composición de polipropileno tenga un índice de fluidez MFR₂ (230 °C), medido de acuerdo con la ISO 1133, de por lo menos 85 g/10 min, preferentemente de por lo
55 menos 90 g/10 min, más preferentemente de por lo menos 95 g/10 min, aún más preferentemente de por lo menos 100 g/10 min. Los márgenes superiores son preferentemente no mayores que 350 g/10 min, más preferentemente 300 g/10 min, aún más preferentemente 275 g/10 min, todavía más preferentemente 260 g/10 min. Debe entenderse que todos los límites inferiores se pueden combinar con todos los límites superiores, y todas estas combinaciones deben considerarse como dadas a conocer y preferidas, tales como entre 85 y 350 g/10 min, entre 85 y 300 g/10 min, entre 85 y 275 g/10 min, entre 85 y 260 g/10 min, entre 90 y 350 g/10 min, entre 90 y 300 g/10 min, entre 90 y 275 g/10 min,
60 entre 90 y 260 g/10 min, entre 95 y 350 g/10 min, entre 95 y 300 g/10 min, entre 95 y 275 g/10 min, entre 95 y 260 g/10 min, entre 100 y 350 g/10 min, entre 100 y 300 g/10 min, entre 100 y 275 g/10 min, y entre 100 y 260 g/10 min. Se prefieren particularmente los intervalos de entre 85 y 350 g/10 min, todavía más preferentemente en el intervalo de entre

85 y 300 g/10 min, aún más preferentemente en el intervalo de entre 85 y 275 g/10 min, aún todavía más preferentemente en el intervalo de entre 95 y 260 g/10 min.

[0010] Otra característica de la presente composición de polipropileno es su cantidad baja o reducida de solubles en n-hexano, aunque manteniendo un equilibrio óptimo de flujo, rigidez, blandura y transparencia. Preferentemente, la cantidad de solubles en n-hexano en la composición de polipropileno es como mucho del 6,8% en peso, preferentemente como mucho del 6,5% en peso, más preferentemente como mucho del 6,0% en peso, y todavía más preferentemente como mucho del 5,8% en peso. En los ejemplos más preferidos, la cantidad de solubles en n-hexano en la composición de polipropileno es como mucho del 5,0% en peso, o incluso como mucho del 4,5% en peso.

[0011] La fracción de solubles en xileno en frío (XCS) de la composición de polipropileno es por lo menos el 20% en peso, preferentemente por lo menos el 25% en peso y más preferentemente por lo menos el 27% en peso. Los márgenes superiores son preferentemente no mayores que el 50% en peso, más preferentemente no mayores que el 45% en peso y todavía más preferentemente no mayores que el 42% en peso. Debe entenderse que todos los límites inferiores se pueden combinar con todos los límites superiores, y todas estas combinaciones se deben considerar como dadas a conocer y preferidas, tales como entre el 20 y el 50% en peso, entre el 20 y el 45% en peso, entre el 20 y el 42% en peso, entre el 25 y el 50% en peso, entre el 25 y el 45% en peso, entre el 25 y el 42% en peso, entre el 27 y el 50% en peso, entre el 27 y el 45% en peso, y entre el 27 y el 43% en peso.

[0012] Otra característica de la composición de polipropileno es que se mantiene su blandura. Por consiguiente, se prefiere que la composición de polipropileno tenga un módulo de flexión, medido sobre muestras moldeadas por inyección de 80 x 10 x 4 mm³ según la ISO 178, no superior a 600 MPa, más preferentemente por debajo de 550 MPa, todavía más preferentemente igual o inferior a 500 MPa, aún más preferentemente en el intervalo de entre 200 y por debajo de 550 MPa, aún todavía más preferentemente en el intervalo de entre 250 y 500 MPa.

[0013] Por otra parte, la presente composición de polipropileno mantiene un buen comportamiento ante un impacto (a 23 °C), siendo dicho impacto de por lo menos 7 kJ/m², preferentemente por lo menos 15 kJ/m², más preferentemente en el intervalo de entre 7 y 50 kJ/m², todavía más preferentemente en el intervalo de entre 7 y 30 kJ/m².

[0014] En una realización preferida, la composición de polipropileno de la invención comprende entre un 25 y un 45% en peso del elastómero termoplástico basado en propileno (PTE), más preferentemente entre un 27 y 43% en peso, todavía más preferentemente entre un 25 y un 35% en peso, sobre la base de la composición de polipropileno total.

[0015] En una realización preferida, la composición de polipropileno de la invención comprende entre un 55 y un 75% en peso de la matriz de homopolímero de polipropileno (PM), más preferentemente entre un 57 y un 73% en peso, todavía más preferentemente entre un 65 y un 75% en peso, sobre la base de la composición de polipropileno total.

[0016] En una realización preferida, la composición de polipropileno de la invención comprende entre un 0,1 y un 5% en peso de uno o más aditivos según se define en la presente posteriormente.

[0017] Debe entenderse que la composición de polipropileno, y en particular la mezcla bifásica según la presente invención, puede contener otros aditivos aunque no otra poliolefina, excepto de la matriz de polipropileno PM y el elastómero termoplástico PTE antes mencionados, en una cantidad que supere el 5% en peso, más preferentemente que no supere el 3% en peso, sobre la base de la cantidad total de composición de polipropileno.

[0018] La expresión sistema bifásico indica que la matriz de homopolímero de polipropileno (PM) y el elastómero termoplástico de alto peso molecular (PTE) no son miscibles y forman fases independientes, las cuales son visibles, por ejemplo, por microscopía de alta resolución, tal como microscopía electrónica o microscopía de fuerzas de barrido. Preferentemente, el elastómero termoplástico de alto peso molecular (PTE) forma inclusiones dentro de la matriz de homopolímero de polipropileno (PM). En otras palabras, la composición de polipropileno según esta invención se considera como un sistema heterofásico.

[0019] En lo sucesivo se definen de forma más detallada los componentes individuales.

Matriz de homopolímero de polipropileno (PM)

[0020] Un componente esencial de la presente composición de polipropileno es la matriz de homopolímero de polipropileno (PM). El homopolímero de la expresión usado en la presente invención se refiere a un polipropileno que está compuesto sustancialmente, por ejemplo, por al menos un 99,5% en peso, más preferentemente por al menos un 99,8% en peso, de unidades de propileno. En una realización preferida, en el homopolímero de propileno son detectables únicamente unidades de propileno.

[0021] La matriz de homopolímero de polipropileno (PM) según la invención tiene un índice de fluidez MFR₂ (230 °C), medido de acuerdo con la ISO 1133, de por lo menos 450 g/10 min, preferentemente de por lo menos 550 g/10 min,

más preferentemente de por lo menos 650 g/10 min, aún más preferentemente de por lo menos 750 g/10 min, aún todavía más preferentemente de por lo menos 850 g/10 min. Preferentemente, los márgenes superiores no son mayores que 1.550 g/10 min, más preferentemente 1.450 g/10 min, ó 1.350 g/10 min. Debe entenderse que todos los límites inferiores se pueden combinar con todos los límites superiores, y todas estas combinaciones se deben considerar como dadas a conocer y preferidas, tales como entre 450 y 1.550 g/10 min, entre 450 y 1.450 g/10 min, entre 450 y 1.350 g/10 min, entre 550 y 1.550 g/10 min, entre 550 y 1.450 g/10 min, entre 550 y 1.350 g/10 min, entre 650 y 1.550 g/10 min, entre 650 y 1.450 g/10 min, entre 650 y 1.350 g/10 min, entre 750 y 1.550 g/10 min, entre 750 y 1.450 g/10 min, entre 750 y 1.350 g/10 min, entre 850 y 1.550 g/10 min, entre 850 y 1.450 g/10 min, o entre 850 y 1.350 g/10 min. Se prefieren particularmente los intervalos de entre 450 y 1.550 g/10 min, más preferentemente en el intervalo de entre 550 y 1.450 g/10 min, todavía más preferentemente en el intervalo de entre 650 y 1.350 g/10 min, aún más preferentemente en el intervalo de entre 750 y 1.350 g/10 min, aún todavía más preferentemente en el intervalo de entre 850 y 1.350 g/10 min.

[0022] Preferentemente, la matriz de homopolímero de polipropileno (PM) se somete a viscorreducción. La viscorreducción se puede llevar a cabo según cualquier manera conocida, aunque típicamente la presente invención prevé una viscorreducción química usando un agente de viscorreducción de peróxido. Los agentes de viscorreducción típicos son 2,5-dimetil-2,5-bis(tert.butil-peroxi)hexano (DHBP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Luperox 101 y Trigonox 101), 2,5-dimetil-2,5-bis(tert.butil-peroxi)hexano-3 (DYBP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Luperox 130 y Trigonox 145), peróxido de dicumilo (DCUP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Luperox DC y Perkadox BC), peróxido de di-tert.butilo (DTBP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Trigonox B y Luperox Di), peróxido de tert.butil-cumilo (BCUP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Trigonox T y Luperox 801) y bis(tert.butilperoxiisopropil)benceno (DIPP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Perkadox 14S y Luperox DC). Las cantidades adecuadas de peróxido a utilizar según la presente invención son en principio conocidas por las personas versadas en la materia y se pueden calcular fácilmente sobre la base de la cantidad del polímero a tratar. Las cantidades típicas de agente de viscorreducción de peróxido están entre el 0,005 y el 0,5% en peso, más preferentemente entre el 0,005 y el 0,2% en peso, sobre la base de la cantidad de polímero utilizada.

[0023] La matriz de homopolímero de polipropileno (PM) presenta una alta cristalinidad. Por lo tanto, la fracción de solubles en xileno en frío (XCS), medida de acuerdo con la ISO 16152 (25 °C), de la matriz de homopolímero de polipropileno (PM) es como mucho del 10% en peso, es como mucho del 8% en peso, preferentemente como mucho del 6% en peso, más preferentemente como mucho del 5% en peso, y aún de la forma más preferente como mucho del 4% en peso. Por tanto, el contenido de solubles en xileno en frío (XCS) está comprendido entre el 0,5 y el 8% en peso, preferentemente entre el 0,5 y el 6% en peso, más preferentemente entre el 0,5 y el 5% en peso, y aún de la forma más preferente entre el 0,5 y el 4% en peso.

[0024] La temperatura de fusión (T_m) de la matriz de homopolímero de polipropileno (PM) determinada por calorimetría diferencial de barrido (DSC) según la ISO 11357-3 es por lo menos 140°C, preferentemente por lo menos 145°C; más preferentemente por lo menos 150°C, más preferentemente por lo menos 155°C. Los márgenes superiores son preferentemente no mayores que 170°C, más preferentemente no mayores que 165°C, incluso más preferentemente no mayores que 160°C. Debe entenderse que todos los límites inferiores se pueden combinar con todos los límites superiores, y todas estas combinaciones deben considerarse como dadas a conocer y preferidas, tales como entre 140 y 170°C, entre 145 y 165°C, entre 150 y 165°C, entre 155 y 165°C, entre 150 y 160°C, y entre 155 y 160°C.

[0025] La matriz de homopolímero de polipropileno (PM) según la invención está disponible comercialmente y se puede producir usando un catalizador Ziegler-Natta o un metaloceno, preferentemente un catalizador Ziegler-Natta. Puede ser un homopolímero de propileno monomodal o bi- o multimodal. Preferentemente, es un homopolímero de propileno monomodal.

[0026] Los homopolímeros de propileno monomodales se producen preferentemente en procesos de una sola fase, por ejemplo en un único reactor, tal como un reactor de suspensión (*slurry*) como un reactor de bucle. El control preciso de las condiciones de polimerización y los parámetros de la reacción se sitúan dentro de los conocimientos de la técnica.

[0027] El proceso puede comprender también una prepolimerización con el sistema catalizador, que comprende un procatalizador Ziegler-Natta, un dador externo y opcionalmente un cocatalizador. Es posible también adicionar otros componentes a la fase de prepolimerización. De este modo, se puede adicionar hidrógeno en la fase de prepolimerización para controlar el peso molecular del prepolímero tal como es sabido en la técnica. Además, se puede usar un aditivo antiestático para evitar que las partículas se adhieran entre sí o a las paredes del reactor. El control preciso de las condiciones de prepolimerización y los parámetros de reacción se sitúan dentro de los conocimientos de la técnica.

[0028] Para obtener homopolímeros de polipropileno multimodales se pueden usar procesos de múltiples fases. En tal caso se prefiere un proceso de "bucle-fase gaseosa", tal como el desarrollado por Borealis A/S, Dinamarca (conocido como tecnología BORSTAR®) que se describe, por ejemplo, en la bibliografía de las patentes, tales como en los

documentos EP 0 887 379, WO 92/12182, WO 2004/000899, WO 2004/111095, WO 99/24478, WO 99/24479 ó en el documento WO 00/68315.

[0029] Otro proceso adecuado de suspensión-fase gaseosa es el proceso Spheripol® de Basell.

[0030] Los homopolímeros de polipropileno usados para la matriz de homopolímero de polipropileno (PM) son conocidos en la técnica, y sus ejemplos están disponibles comercialmente. Un ejemplo preferido es Borealis Borflow™ HL512FB.

Elastómero termoplástico basado en propileno (PTE)

[0031] El otro componente esencial de la composición de polipropileno es un elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) que tiene un índice de fluidez MFR₂ (230 °C), medido de acuerdo con la ISO 1133, en el intervalo de como mucho 17 g/10 min, preferentemente de como mucho 14,5 g/10 min, más preferentemente como mucho 12 g/10 min, incluso más preferentemente como mucho 10 g/10 min, aún más preferentemente como mucho 8 g/10 min, aún más preferentemente como mucho 6,5 g/10 min, y aún más preferentemente como mucho 5,0 g/10 min, por tanto, los límites inferiores son preferentemente no menores que 0,5 g/10 min, más preferentemente no menores que 1,0 g/10 min y más preferentemente no menores que 1,5 g/10 min.

[0032] Debe entenderse que todos los límites inferiores se pueden combinar con todos los límites superiores, y todas estas combinaciones se deben considerar como dadas a conocer y preferidas, tales como entre 0,5 g/10 min y 17 g/10 min, entre 0,5 g/10 min y 14,5 g/10 min, entre 0,5 g/10 min y 12 g/10 min, entre 0,5 g/10 min y 10 g/10 min, entre 0,5 g/10 min y 8 g/10 min, entre 0,5 g/10 min y 6,5 g/10 min, entre 0,5 g/10 min y 5 g/10 min, entre 1 g/10 min y 17 g/10 min, entre 1 g/10 min y 14,5 g/10 min, entre 1 g/10 min y 12 g/10 min, entre 1 g/10 min y 10 g/10 min, entre 1 g/10 min y 8 g/10 min, entre 1 g/10 min y 6,5 g/10 min, entre 1 g/10 min y 5 g/10 min, entre 1,5 g/10 min y 17 g/10 min, entre 1,5 g/10 min y 14,5 g/10 min, entre 1,5 g/10 min y 12 g/10 min, entre 1,5 g/10 min y 10 g/10 min, entre 1,5 g/10 min y 8 g/10 min, entre 1,5 g/10 min y 6,5 g/10 min, entre 1,5 g/10 min y 5 g/10 min. Se prefieren particularmente los intervalos de entre 0,5 y 17 g/10 min, más preferentemente en el intervalo de entre 0,5 y 14,5 g/10 min, todavía más preferentemente en el intervalo de entre 0,5 y 12 g/10 min, aún más preferentemente en el intervalo de entre 0,5 y 10 g/10 min, aún todavía más preferentemente en el intervalo de entre 0,5 y 6,5 g/10 min. El elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) con el MFR₂ descrito en la presente se dispersa en la matriz de polímero de polipropileno (PM).

[0033] Además, el elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) tiene preferentemente una densidad por debajo de 920 kg/m³, más preferentemente por debajo de 910 kg/m³, todavía más preferentemente en el intervalo de entre 800 y 920 kg/m³, aún más preferentemente en el intervalo de entre 840 y 880 kg/m³ y con la mayor preferencia en el intervalo de entre 840 y por debajo de 870 kg/m³, por ejemplo en el intervalo de entre 840 y 860 kg/m³.

[0034] Por otra parte, el elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) se caracteriza por una cristalinidad bastante baja. Los polímeros de baja cristalinidad tienen una temperatura de fusión bastante baja. Por consiguiente, el elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) según esta invención tiene una temperatura de fusión por debajo de 120 °C, preferentemente por debajo de 110 °C, más preferentemente por debajo de 100 °C, todavía más preferentemente en el intervalo de entre 25 y por debajo de 120 °C, aún más preferentemente en el intervalo de entre 35 y 110 °C.

[0035] El elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) es un copolímero de propileno que comprende unidades monoméricas y unidades comonoméricas de propileno seleccionadas de entre etileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno y 1-octeno, preferentemente el comonomero se selecciona de entre 1-octeno y etileno, prefiriéndose especialmente este último. Preferentemente, el contenido de comonomeros está entre 6 e igual o por debajo de 25% en peso, más preferentemente entre el 7 y el 20% en peso, por ejemplo entre el 7,0 y el 17,0% en peso. Se prefiere particularmente un contenido de comonomeros de etileno de entre el 6 e igual o por debajo del 25% en peso, más preferentemente entre el 7 y el 20% en peso, por ejemplo entre el 7,0 y el 17,0% en peso.

[0036] Preferentemente, el elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) según esta invención se ha producido en presencia de un catalizador metaloceno.

[0037] Los elastómeros termoplásticos basados en propileno (PTE) según esta invención son conocidos en la técnica. Son productos comerciales típicos algunas calidades de alto peso molecular de calidades de polipropileno Vistamaxx de Exxon Mobil, calidades de polipropileno Versify de Dow, calidades de polipropileno Tafmer y de VLDPE de Mitsui, así como las calidades de polibuteno TafmerBL de Mitsui y calidades de polibuteno Koattro de Basell.

[0038] La composición polimérica puede contener aditivos conocidos en la técnica, como antioxidantes, captadores de ácido, agentes nucleantes, agentes antibloqueo, agentes de deslizamiento y agentes antiestáticos. Típicamente, la composición puede contener no más de un 5% en peso, aún más preferentemente no más de un 3% en peso de aditivos mencionados en la presente. En caso de que se adicione uno o más aditivo(s), se prefieren los siguientes

intervalos: entre el 0,1 y el 5% en peso, entre el 0,1 y el 3% en peso, entre el 0,3 y el 5% en peso, entre el 0,3 y el 3% en peso, entre el 0,5 y 5% en peso, o entre el 0,5 y el 3% en peso.

5 **[0039]** En una realización preferida de la invención, la composición de polipropileno comprende entre un 1,0 y un 5% en peso de uno o más aditivos seleccionados del grupo de un agente antibloqueo (AB), un agente de deslizamiento (SA), un antioxidante, un captador de ácido, un agente nucleante, o un agente antiestático. Son aditivos preferidos los agentes antibloqueo, los agentes de deslizamiento, los antioxidantes, los captadores de ácido y los agentes antiestáticos. Se prefieren más los agentes antibloqueo, los agentes de deslizamiento y los antioxidantes.

10 **[0040]** Debe entenderse que la adición de un aditivo es común en la técnica. Por tanto, debe considerarse como manifestado y conocido para las personas versadas en la materia que cualquiera de los aditivos mencionados en la presente, en las cantidades mencionadas en la presente, se pueden adicionar de manera individual o en combinación con otros a cualquiera de las composiciones y combinaciones de polipropileno dadas a conocer en este documento.

15 **Preparación de la composición de polipropileno**

20 **[0041]** La composición de polipropileno de la presente invención se puede preparar mediante cualquier método adecuado conocido en la técnica, tal como mediante mezclado de la matriz de homopolímero de polipropileno (PM), el elastómero termoplástico basado en propileno (PTE), y opcionalmente aditivos, o bien de forma directa, por ejemplo, en una extrusora, de tal manera que la misma extrusora se usa para elaborar el producto acabado, o bien mediante mezclado con pre-fusión en un mezclador o extrusora aparte. Para el mezclado, se puede usar un aparato convencional de composición o mezclado, por ejemplo, un mezclador Banbury, un molino de caucho de 2 rodillos, una co-amasadora Buss o una extrusora de doble husillo. En la extrusora se adicionan también los otros componentes opcionales, como el agente antibloqueo y el agente de deslizamiento.

25

Artículos

30 **[0042]** La presente invención va dirigida no solamente a la composición de polipropileno como tal, sino también a los artículos que comprenden la presente composición de polipropileno. Por consiguiente, el artículo comprende por lo menos un 70% en peso, tal como entre un 70 y un 99% en peso, o entre un 70 y un 100% en peso, preferentemente por lo menos un 80% en peso, tal como entre un 80 y un 99% en peso o entre un 80 y un 100% en peso, más preferentemente por lo menos un 95% en peso, tal como entre un 95 y un 99% en peso o entre un 95 y un 100% en peso de, aún más preferentemente está compuesto por, la presente composición de polipropileno.

35 **[0043]** Los artículos según esta invención son artículos moldeados por inyección, en particular artículos de paredes finas, tales como tubos de paredes finas. La expresión "de paredes finas" expresará preferentemente un grosor no mayor de 2 mm, más preferentemente en el intervalo de entre 0,05 y 2,00 mm, aún más preferentemente en el intervalo de entre 0,10 y 1,70, todavía más preferentemente en el intervalo de entre 0,18 y 1,20 mm, aún todavía más preferentemente en el intervalo de entre 0,25 y 1,0 mm, por ejemplo en el intervalo de entre 0,30 y 0,60 mm.

40

[0044] A continuación se describirá más detalladamente la presente invención por medio de los ejemplos que se proporcionan seguidamente.

Ejemplos

45

Métodos de medición y definiciones

[0045] En la totalidad de la solicitud, debe entenderse que la expresión "entre el número x y el número y" significa "entre el número x e igual o por debajo del número y".

50

El MFR₂ (230 °C) se midió de acuerdo con la ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg de carga).

El MFR₂ (190 °C) se midió de acuerdo con la ISO 1133 (190 °C, 2,16 kg de carga).

55

El contenido de solubles en xileno en frío (XCS, % en peso) se determinó a 25 °C de acuerdo con la ISO 16152; primera edición; 1-7-2005.

El contenido de comonomeros del elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) se determinó de acuerdo con la ASTM D 3900.

60

El contenido de comonomeros para la matriz (M), especialmente el contenido de etileno, se mide con espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) calibrada con ¹³C-NMR. Cuando se midió el contenido de etileno en polipropileno, se preparó una película fina de la muestra (grosor de aproximadamente 250 μm) mediante prensado en caliente. El área de los picos de absorción a 720 y 733 cm⁻¹ para copolímeros de propilenoetileno se midió con un

espectrómetro Perkin Elmer FTIR 1600. Se evaluaron copolímeros de propileno-1-buteno a 767 cm^{-1} . El método se calibró por datos de contenido de etileno medidos con ^{13}C -NMR. Véanse también "IR-Spektroskopie für Anwender"; WILEY-VCH, 1997 y "Validierung in der Analytik", WILEY-VCH, 1997.

5 Módulo de flexión: el módulo de flexión se determinó con una flexión de 3 puntos de acuerdo con la ISO 178 sobre muestras moldeadas por inyección de $80 \times 10 \times 4\text{ mm}$ preparadas según la ISO 294-1: 1996.

Módulo de tracción: el módulo de tracción se mide a 23 °C de acuerdo con la ISO 527-1 (velocidad del travesaño 1 mm/min) usando muestras moldeadas por inyección según la ISO 527-2 (1B), producidas de acuerdo con la EN ISO 1873-2 (forma de hueso de perro 10 , grosor de 4 mm).

Impacto: se determina la resistencia al impacto con entalla charpy de acuerdo con la ISO 179 / 1eA a 23 °C usando muestras de prueba moldeadas por inyección según se describe en la EN ISO 1873-2 ($80 \times 10 \times 4\text{ mm}$).

15 La fracción de extraíbles en hexano se determina de acuerdo con el método de la FDA (registro federal, título 21, Capítulo 1, parte 177, sección 1520, s. Anexo B) sobre películas coladas de $100\text{ }\mu\text{m}$ de grosor, producidas en una línea de películas coladas monocapa con una temperatura de fusión de 220 °C y una temperatura del rodillo de enfriamiento de 20 °C . La extracción se llevó a cabo a una temperatura de 50 °C y durante un tiempo de extracción de 30 min .

20 Turbidez: la turbidez se determinó de acuerdo con la ASTM D 1003-07 sobre placas de $60 \times 60 \times 0,5\text{ mm}^3$ moldeadas por inyección según la EN ISO 1873-2 usando una temperatura de fusión de 200 °C . Transparencia: la transparencia se determinó de acuerdo con la ASTM D1003-00 sobre placas de $60 \times 60 \times 0,5\text{ mm}^3$ moldeadas por inyección según la EN ISO 1873-2 usando una temperatura de fusión de 200 °C .

25 Densidad: ISO 1183-1 – método A (2004). La preparación de las muestras se realiza mediante moldeo con compresión de acuerdo con la ISO 1872-2:2007.

30 Temperatura de fusión T_m , temperatura de cristalización T_{cr} , y grado de cristalinidad: medidos con calorimetría diferencial de barrido (DSC) Mettler TA820 sobre muestras de $3 \pm 0,5\text{ mg}$. Se obtuvieron curvas tanto de cristalización como de fusión durante barridos de enfriamiento y calentamiento de 10 °C/min entre 30 °C y 225 °C . Las temperaturas de fusión y cristalización se tomaron como los picos endotérmicos y exotérmicos. El grado de cristalinidad se calculó mediante comparación con el calor de fusión de un polipropileno perfectamente cristalino, es decir, 209 J/g (ISO 11357-3).

35 Parte experimental:

Tabla 1: Composición

Componente*		CE1	IE1	IE2
HL512FB	[% peso]	56,6	59,25	69,25
Engage 8401	[% peso]	14,9	-	-
Versify DE4301	[% peso]	27,8	-	-
Vistamax 6102	[% peso]	-	40	30
XCS	[% peso]	37	40	30
Turbidez en placas ($60 \times 60 \times 0,5\text{ mm}$) %	[%]	40,8	41	41
Transparencia ($60 \times 60 \times 0,5\text{ mm}$) %	[%]	94	92	92
* hasta el 100% en peso son aditivos típicos, como antioxidantes				

40 **[0046]** Se prefiere particularmente el IE2.

[0047] El HL512BF es un homopolímero de propileno comercial de Borealis AG que tiene un MFR_2 (230 °C) de 1.200 g/10 min , un XCS del $2,8\%$ en peso, una temperatura de fusión T_m de 158 °C .

45 **[0048]** Vistamaxx 6102 es el copolímero de propileno etileno comercial VISTAMAXX 6102 de Exxon Mobil con un MFR_2 (230 °C) de $3,0\text{ g/10min}$, un contenido de etileno de $16,0\%$ en peso y una dureza shore A, medida de acuerdo con la ASTM D2240 de 67 .

50 Engage 8401 1 es un copolímero comercial de etileno-octeno de la Dow Chemical Company que tiene un MFR_2 (190 °C) de 30 g/10 min , un contenido de octano del 31% en peso, y una densidad, medida de acuerdo con la ASTM D792, de $0,885\text{ g/cm}^3$.

Versify DE4301 es un elastómero de la Dow Chemical Company que tiene un MFR₂ (230°C) de 25 g/10 min, una densidad, medida de acuerdo con la ASTM D792, de 0,868 g/cm y una dureza shore A, medida de acuerdo con la ASTM D2240 de 84.

5

Tabla 2: Propiedades

		CE 1	IE 1	IE 2
MFR ₂ (230°C)	[g/10min]	232	136	208
MFR ₂ (190°C)	[g/10min]	88	52	70
Solubles en hexano	[% peso]	7,3	5,6	4,4
XCS	[% peso]	37	38	30
Módulo de Tracción	[MPa]	517	385	-
Módulo de Flexión	[MPa]	465	370	484
Impacto	[kJ/m ²]	7,7	28	7,7
Turbidez	[%]	41	41	41
Transparencia	[%]	94	92	92

10

[0049] La presente invención es una mezcla bifásica de un homopolímero de polipropileno con elastómero termoplástico de alto peso molecular. La presente composición proporciona un bajo contenido de extraíbles en hexano, aunque ofreciendo un equilibrio óptimo de flujo, rigidez, blandura y transparencia. Este tipo de perfil de propiedades es un parámetro clave para tubos blandos moldeados por inyección, que se usarán en aplicaciones de envasado alimenticio. El área de aplicación se puede extender para aplicaciones cosméticas y farmacéuticas.

REIVINDICACIONES

1. Composición de polipropileno que tiene un índice de fluidez MFR_2 (230 °C), medido de acuerdo con la ISO 1133, de por lo menos 85 g/10 min, comprendiendo dicha composición una mezcla bifásica de
5
(a) una matriz de homopolímero de polipropileno (PM) que tiene un índice de fluidez MFR_2 (230 °C), medido de acuerdo con la ISO 1133, de por lo menos 400 g/10 min, y
(b) entre un 25 y un 45% en peso de un elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) que tiene un índice de fluidez MFR_2 (230 °C), medido de acuerdo con la ISO 1133, de como mucho 17 g/10 min, dispersado en la matriz polimérica de polipropileno (PM).
10
2. Composición de polipropileno según la reivindicación 1, en la que la composición tiene un contenido de solubles en n-hexano de como mucho el 6,8% en peso, determinado con el uso de una temperatura de extracción de 50°C, y un tiempo de extracción de 30 min.
15
3. Composición de polipropileno según la reivindicación 1 ó 2, en la que la composición comprende entre un 55 y un 75% en peso de la matriz de homopolímero de polipropileno (PM).
4. Composición de polipropileno según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) tiene un índice de fluidez MFR_2 (230°C), medido de acuerdo con la ISO 1133, de como mucho 6,5 g/10 min.
20
5. Composición de polipropileno según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que el elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) comprende unidades monoméricas y unidades comonoméricas de propileno seleccionadas de entre etileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno y 1-octeno.
25
6. Composición de polipropileno según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que el elastómero termoplástico basado en propileno (PTE) tiene un contenido de comonómeros, preferentemente un contenido de comonómeros de etileno, de entre 6 e igual o por debajo del 25% en peso.
30
7. Composición de polipropileno según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que la matriz de homopolímero de polipropileno (PM) tiene una fracción de solubles en xileno en frío (XCS), medida de acuerdo con la ISO 16152 (25 °C), de como mucho el 10% en peso.
- 35 8. Composición de polipropileno según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que la matriz de homopolímero de polipropileno (PM) tiene una distribución monomodal de pesos moleculares.
9. Proceso para la preparación de la composición de polipropileno según una de las reivindicaciones anteriores, en el que la matriz de homopolímero de polipropileno (PM), el elastómero termoplástico basado en propileno (PTE), y opcionalmente uno o más aditivos se extruyen en una extrusora obteniendo así la composición de polipropileno según una de las reivindicaciones anteriores.
40
10. Artículo que comprende una composición de polipropileno según una de las reivindicaciones 1 a 8.
- 45 11. Artículo según la reivindicación 10, que es un artículo moldeado por inyección.