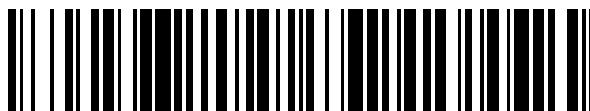


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 626 363**

51 Int. Cl.:

C08L 23/10	(2006.01)
C08L 23/12	(2006.01)
C08L 23/14	(2006.01)
C08F 255/02	(2006.01)
C08F 210/06	(2006.01)
C08F 210/16	(2006.01)
C08F 2/48	(2006.01)
C08F 2/52	(2006.01)
C08F 2/54	(2006.01)
C08F 10/06	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.07.2013 PCT/EP2013/065263**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **30.01.2014 WO14016206**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.07.2013 E 13739223 (9)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.03.2017 EP 2877535**

54 Título: **Película con bajo índice de gel OCS**

30 Prioridad:

25.07.2012 EP 12177878

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

24.07.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**KLIMKE, KATJA y
BRAUN, HERMANN**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 626 363 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 con bajo índice de gel OCS

La presente invención se refiere a un método para proporcionar una composición de polipropileno que tiene una alta resistencia en estado fundido y un bajo índice de gel OCS. Adicionalmente, la presente invención se refiere también a una composición de polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS) correspondiente con un bajo índice de gel OCS.

Las composiciones de polipropileno de alta de resistencia en estado fundido (HMS-PP) se conocen generalmente en la técnica. Sin embargo, un desafío dentro de los HMS-PP existentes es su calidad de película variable. La calidad de película se expresa mediante el índice de gel, que se mide con la herramienta de inspección de gel OCS, como se describe en el documento WO 2008/022802.

Adicionalmente, como se sabe en la técnica, normalmente se añaden aditivos a materiales plásticos para mejorar el rendimiento de los mismos. Los ejemplos de aditivos típicos son, por ejemplo, antioxidantes o pigmentos, etc. Estos aditivos a menudo se añaden al material base de plástico en forma de una mezcla de aditivos, donde los aditivos se incorporan en una pequeña cantidad de polvo de polímero. La mezcla de aditivos, en ocasiones, se denomina mezcla madre. La pequeña cantidad de polvo de polímero usada para la mezcla de aditivos normalmente se dosifica al final del proceso HMS. Sin embargo, la contribución al índice de gel final de esta mezcla de aditivos a menudo se pasa por alto. Adicionalmente, hasta ahora no se ha reconocido que también el peso molecular del polvo de polímero base en la fabricación de polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) tiene un impacto significativo sobre las propiedades ópticas finales.

El documento EP 0 879 830, presentado por Borealis en 1997, describe los conceptos básicos de procesos post-reactor de alta resistencia en estado fundido (HMS) de Borealis donde se usan peróxido y butadieno para fabricar materiales de polipropileno ramificado de cadena larga (LCB-PP). Esta patente cubre un amplio intervalo de velocidades de flujo del fundido de polvo (MFR) y tamaños de partícula. Sin embargo, no especifica el impacto del tipo de polímero base ni el polvo de polipropileno usado para la preparación de la mezcla de aditivos sobre la calidad de HMS, en particular sobre la calidad de película OCS expresada mediante el índice de gel.

Sigue habiendo una necesidad en la técnica de un método para producir HMS-PP de calidad fiable y/o mejorada.

Por consiguiente, el objeto de la presente invención es proporcionar un proceso que posibilite a un experto producir una composición de polipropileno y una película fabricada de dicha composición de polipropileno con bajo contenido de gel.

Los presentes inventores han descubierto ahora sorprendentemente que el índice de gel final puede reducirse significativamente aumentando el MFR del polímero base y, opcionalmente, del polvo de polipropileno usado para la mezcla de aditivos.

De esta manera, la presente invención se refiere a un proceso para proporcionar una composición de polipropileno que comprende al menos un 90 % en peso de un polipropileno ramificado (b-PP) que tiene una estructura principal de polipropileno que cubre las cadenas laterales, el proceso comprende al menos una etapa (a) en la que un polipropileno lineal (1-PP) se hace reaccionar con un agente de formación de radicales libres que se descomponen térmicamente y, opcionalmente, con un monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o con un polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados, obteniendo de esta manera el polipropileno ramificado (b-PP), y posteriormente a la etapa (a) una etapa adicional (b), en la que al polipropileno ramificado (b-PP) se le añade un polipropileno (PP') que tiene una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de 1 a 18 g/10 min, en el que (a) el polipropileno lineal (1-PP) tiene una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de 3,0 a 13,0 g/10 min; (b) el polipropileno lineal (1-PP) tiene una distribución de tamaño de partícula d₉₀ de menos de 1.500 μm; y/o el polipropileno lineal (1-PP) tiene una distribución de tamaño de partícula d₅₀ de menos de 1.000 μm; (c) la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) tiene(n) una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 5,8 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ mayor de 200 mm/s, en la que la resistencia en estado fundido F₃₀ y la extensibilidad en estado fundido v₃₀ se miden de acuerdo con la norma ISO 16790:2005, y en el que el polipropileno (PP') comprende al menos un aditivo (A) seleccionado del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antiempañamiento, eliminadores de ácido, agentes de soplado, agentes adherentes, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos.,

La presente invención proporciona adicionalmente una composición de polipropileno que comprende

(a) al menos 90 partes en peso de un polipropileno ramificado (b-PP) que tiene una estructura principal de

polipropileno que cubre las cadenas laterales; y

(b) de 1 a 5 partes en peso de un polipropileno (PP') que tiene una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de 1,0 a 18,0 g/10 min,

en la que la composición de polipropileno tiene

5 - una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de 7,0 a 13,0 g/10 min, y

- un índice de gel menor de 1.000, preferentemente menor de 800;

10 y en la que adicionalmente la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) tiene/tienen una resistencia en estado fundido F₃₀ de 5,8 a 13,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ de 210 a 300 mm/s, en la que la resistencia en estado fundido F₃₀ y la extensibilidad en estado fundido v₃₀ se miden de acuerdo con la norma ISO 1670:2005, y en la que la composición de polipropileno comprende al menos un aditivo (A) seleccionado del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antiempañamiento, eliminadores de ácido, agentes de soplado, agentes adherentes, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos.

15 A continuación la invención se describe con más detalle.

20 En primer lugar, se describen los componentes individuales, es decir, el polipropileno (PP), como el polipropileno lineal (1-PP'), el polipropileno (PP'), como el polipropileno lineal (1-PP'), el polipropileno ramificado (b-PP), y los aditivos (A), usados en la presente invención, así como la composición de polipropileno. Posteriormente, el proceso reivindicado se describe con más detalle. Sin embargo, cualquier información o cualquier realización preferida proporcionada para los componentes individuales o la composición de polipropileno también es aplicable para el proceso inventivo, si se hace referencia a los componentes individuales y la composición de polipropileno, respectivamente.

El polipropileno ramificado (b-PP)

25 El componente principal para la composición de polipropileno que se proporciona de acuerdo con la invención es un polipropileno ramificado (b-PP). Un polipropileno ramificado difiere de un polipropileno lineal en que la estructura básica de polipropileno cubre las cadenas laterales, mientras que un polipropileno no ramificado, es decir, un polipropileno lineal no cubre las cadenas laterales. Las cadenas laterales tienen un impacto significativo sobre la reología del polipropileno. Por consiguiente, los polipropilenos lineales y los polipropilenos ramificados pueden distinguirse claramente por su comportamiento de flujo bajo tensión.

30 La ramificación puede conseguirse usando catalizadores específicos, es decir, catalizadores de un solo sitio específicos o mediante modificación química. Respecto a la preparación de un polipropileno ramificado obtenido mediante el uso de un catalizador específico se hace referencia al documento EP 1 892 264. Con respecto a un polipropileno ramificado obtenido por modificación química se hace referencia al documento EP 0 879 830 A1. En tal caso, el polipropileno ramificado se denomina también polipropileno de alta resistencia en estado fundido. El polipropileno ramificado (b-PP) de acuerdo con la presente invención se obtiene por modificación química como se describe con más detalle a continuación y, de esta manera, es un polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP). Por lo tanto, las expresiones "polipropileno ramificado (b-PP)" y "polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP)" pueden considerarse en la presente invención como sinónimos.

40 Por lo tanto, el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), como el componente principal de la composición de polipropileno, tiene una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 5,8 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ mayor de 200 mm/s, preferentemente tiene una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 5,8 y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ mayor de 200, preferiblemente tiene una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 5,8 a 20,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ mayor de 200 a 300 mm/s, para proporcionar una composición de polipropileno resultante con buenas propiedades de reducción de cizalla. La resistencia en estado fundido F₃₀ y la extensibilidad en estado fundido v₃₀ se miden de acuerdo con la norma ISO 16790:2005.

45 Típicamente, la presente composición de polipropileno también tiene una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 5,8 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ mayor de 200 mm/s, preferentemente tiene una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 5,8 a 20,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ mayor de 200 a 300 mm/s.

50 En una realización preferida, el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), tiene

(a) una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 5,8 cN, tal como mayor de 5,8 a 20,0 cN, más preferentemente mayor de 6,0 cN, aún más preferentemente de 6,0 a 18,0 cN, aún más preferentemente de 6,2 a 15,0 cN, aún más preferentemente de 6,0 a 13,0 cN o de 6,2 a 13,0 cN, lo más preferentemente de 6,0 a 12,0 cN o de 6,5 a 12,0 cN, como de 6,6 a 12,0 cN o 6,6 a 11,5 cN;

5 y

(b) una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 210 a 300 mm/s, tal como mayor de 220 a 300 mm/s, más preferentemente mayor de 225 mm/s, aún más preferentemente de 225 a 300 mm/s, aún más preferentemente de 230 a 290 mm/s.

10 En una realización especialmente preferencia, el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), tiene una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 5,8 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 210 a 300 mm/s, tal como una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 5,8 a 20,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 220 a 300 mm/s, más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 6,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 225 mm/s, aún preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,0 a 18,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 225 a 300 mm/s, aún más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,2 a 15,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s, aún más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,2 a 13,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s, lo más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,0 a 12,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s, tal como una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,6 a 11,5 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s.

25 Adicional o alternativamente, el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), puede definirse adicionalmente por el factor de endurecimiento por deformación (SHF). Por consiguiente, se prefiere que el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), tenga un factor de endurecimiento por deformación (SHF) de al menos 1,7, más preferentemente de al menos 1,9, aún más preferentemente en el intervalo de 1,9 a 7,0, aún más preferentemente en el intervalo de 1,9 a 6,5 medido a una tasa de deformación de $3,0 \text{ s}^{-1}$ y una deformación de Hencky de 2,5.

30 Adicionalmente, se prefiere que dicho polipropileno ramificado (b-PP), preferentemente el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), tenga una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de al menos 2,0 g/10 min, más preferentemente en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, aún más preferentemente en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, aún más preferentemente en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, como en un intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, como de 8,0 a 12,0 g/10 min.

De esta manera, en una realización específica, el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) tiene

35 (a) una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) de al menos 2,0 g/10 min, preferentemente en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, más preferentemente en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, aún más preferentemente en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, aún más preferentemente en un intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, como en un intervalo de 8,0 a 12,0 g/10 min;

40 (b) una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 5,8 cN, tal como mayor de 5,8 a 20,0 cN, más preferentemente mayor de 6,0 cN, aún más preferentemente de 6,0 a 18,0 cN, aún más preferentemente de 6,2 a 15,0 cN, aún más preferentemente de 6,0 a 13,0 cN o de 6,2 a 13,0 cN, lo más preferentemente de 6,0 a 12,0 cN o de 6,5 a 12,0 cN, tal como de 6,6 a 12,0 cN o de 6,6 a 11,5 cN; y

(c) una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 210 a 300 mm/s, tal como mayor de 220 a 300 mm/s, más preferentemente mayor de 225 mm/s, aún más preferentemente de 225 a 300 mm/s, aún más preferentemente de 230 a 290 mm/s.

45 Por consiguiente, en una realización específica, el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) tiene una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) de al menos 2,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 5,8 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 210 a 300 mm/s, tal como una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 5,8 a 20,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 220 a 300 mm/s, más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 6,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 225 mm/s, aún preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,0 a 18,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 225 a 300 mm/s, aún más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en un intervalo de 7,0 a 13,0 g/10

min, una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,2 a 15,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s, aún más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en un intervalo de 6,2 a 13,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,2 a 13,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s, lo más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en un intervalo de 8,0 a 12,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,0 a 12,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s, tal como una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en un intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,6 a 11,5 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s.

Preferentemente, el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), tiene un punto de fusión de al menos 130 °C, más preferentemente de al menos 135 °C y lo más preferentemente de al menos 140 °C. La temperatura de cristalización es preferentemente de al menos 110 °C, más preferentemente al menos 120 °C.

Adicionalmente, el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), puede ser un copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), es decir, un copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP), o un homopolímero de propileno ramificado (b-H-PP), es decir, un homopolímero de propileno de alta resistencia en estado fundido (H-HMS-PP), siendo el preferido éste último.

Para el fin de la presente invención, la expresión "homopolímero de propileno" se refiere a un polipropileno que consiste sustancialmente, es decir, al menos el 97 % en moles, preferentemente al menos el 98 % en moles, más preferentemente al menos el 99 % en moles, lo más preferentemente al menos el 99,8 % en moles de unidades de propileno. En una realización preferida, solo son detectables las unidades de propileno en el homopolímero de propileno.

En el caso de que el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), sea un copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), es decir, un copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP), este comprende monómeros copolimerizables con propileno, por ejemplo comonómeros tales como etileno y/o α -olefinas C_4 a C_{12} , en particular etileno y/o α -olefinas C_4 a C_{10} , por ejemplo 1-buteno y/o 1-hexeno. Preferentemente, el copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), es decir, el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP), comprende, especialmente consiste en, monómeros copolimerizables con propileno del grupo que consiste en etileno, 1-buteno y 1-hexeno. Más específicamente el copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), es decir, el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP), comprende, aparte de propileno, unidades derivables de etileno y/o 1-buteno. En una realización preferida el copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), es decir, el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP), comprende unidades derivables de etileno y propileno únicamente. El contenido de comonómero en el copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), es decir, en el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP), está preferentemente en el intervalo de mayor del 0,2 al 10,0 % en moles, aún más preferentemente en el intervalo de mayor del 0,5 al 7,0 % en moles.

En este sentido cabe mencionar que el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) que es cualquiera de un homopolímero de propileno de alta resistencia en estado fundido (H-HMS-PP) o un copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP) puede comprender adicionalmente monómeros insaturados diferentes de los comonómeros definidos para el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP). En otras palabras, el homopolímero de propileno de alta resistencia en estado fundido (H-HMS-PP) o el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP) puede comprender unidades insaturadas, tal como un monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o un polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados como se define en detalle más adelante, que son diferentes de propileno, etileno y otras α -olefinas C_4 a C_{12} . Por consiguiente, la definición de homopolímero y copolímero en vista del polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) se refiere realmente al polipropileno no modificado, es decir, al polipropileno (PP), preferentemente al polipropileno lineal (1-PP), usado para obtener el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) por modificación química como se define en detalle más adelante.

Por consiguiente, en una realización preferida el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) comprende

(a) si es un homopolímero de propileno de alta resistencia en estado fundido (H-HMS-PP) unidades derivadas de

(i) propileno y

(ii) monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados,

o

(b) si es un copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP) unidades derivadas de

(i) propileno

5 (ii) etileno y/o α -olefinas C_4 a C_{10} , por ejemplo, 1-buteno y/o 1-hexeno, preferentemente etileno, y

(iii) monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados.

10 Las expresiones "bifuncionalmente insaturado" o "multifuncionalmente insaturado" como se han usado anteriormente se refieren preferentemente a la presencia de dos o más dobles enlaces no aromáticos, tal como por ejemplo en divinilbenceno o ciclopentadieno o polibutadieno. Solo se usan compuestos bi- o multifuncionalmente insaturados que puedan polimerizarse preferentemente con ayuda de radicales libres (véase más adelante). Los sitios insaturados de los compuestos bi- o multifuncionalmente insaturados están en su estado químicamente unido realmente no "insaturado", debido a que cada uno de los dobles enlaces se usa para un enlace covalente con las cadenas de polímero del propileno no modificado, es decir, del polipropileno (PP), preferentemente de polipropileno lineal (1-PP).

15 La reacción del monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o el polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados, preferentemente que tienen un peso molecular promedio en número (M_n) ≤ 10000 g/mol, sintetizados a partir de uno y/o más monómeros insaturados con el polipropileno no modificado, es decir, con el polipropileno (PP), preferentemente con el polipropileno lineal (1-PP), se realiza en presencia de un agente de formación de radicales libres térmicamente, por ejemplo agente de formación de radicales libres de descomposición, tal como un peróxido que puede descomponerse térmicamente.

Los monómeros bifuncionalmente insaturados pueden ser

- compuestos de divinilo, tales como divinilnilina, m-divinilbenceno, p-divinilbenceno, divinilpentano y divinilpropano;

- compuestos de alilo tales como acrilato de alilo, metacrilato de alilo, maleato de alilmetilo y alil vinil éter;

25 - dienos tales como 1,3-butadieno, cloropreno, ciclohexadieno, ciclopentadieno, 2,3-dimetilbutadieno, heptadieno, hexadieno, isopreno y 1,4-pentadieno;

- bis (maleimida) bis (citraconimida) aromáticas y/o alifáticas y mezclas de estos monómeros insaturados.

Los monómeros bifuncionalmente insaturados especialmente preferidos son 1,3-butadieno, isopreno, dimetilbutadieno y divinilbenceno.

30 El polímero de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturado, que preferentemente tiene un peso molecular promedio en número (M_n) ≤ 10000 g/mol puede sintetizarse a partir de uno o más monómeros insaturados.

Los ejemplos de tales polímeros de bajo peso molecular son

- polibutadienos, especialmente cuando las diferentes microestructuras en la cadena de polímero, es decir, 1,4-cis, 1,4-trans y 1,2-(vinilo) están predominantemente en la configuración 1,2-(vinilo).

35 - copolímeros de butadieno y estireno que tienen 1,2-(vinilo) en la cadena de polímero.

Un polímero de bajo peso molecular preferido es polibutadieno, en particular un polibutadieno que tiene más del 50,0 % en peso de butadieno en la configuración 1,2-(vinilo).

40 El polipropileno ramificado, es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), puede contener más de un monómero bifuncionalmente insaturado y/o polímero de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturado. Aún más preferido la cantidad de monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados juntos en el polipropileno ramificado, es decir, en el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), es del 0,01 al 10,0 % en peso basado en dicho polipropileno ramificado, es decir, basado en dicho polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP).

En una realización preferida el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), está libre de aditivos (A). En consecuencia, en el caso de que la presente composición de polipropileno comprenda aditivos (A), estos aditivos (A) no se introducen en la composición de polipropileno durante la fabricación del propileno ramificado (b-PP), es decir, del polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP).

El polipropileno (PP)

Como se ha mencionado anteriormente, el propileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), es un polipropileno modificado, que se obtiene haciendo reaccionar el polipropileno (PP) con un agente de formación de radicales libres que se descomponen térmicamente y, opcionalmente, con un monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o con un polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados.

Un aspecto esencial de la invención es que en la presente invención debe usarse un polipropileno no modificado específico para la fabricación del propileno ramificado (b-PP), es decir, del polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) y, de esta manera, para la fabricación de la composición del polipropileno que comprende el propileno ramificado (b-PP), es decir, que comprende el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP). Un hallazgo particular es que el polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP), debe tener un peso molecular bastante bajo y, de esta manera, una velocidad de flujo del fundido bastante alta. Por consiguiente, se prefiere que el polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP), tenga una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 mayor de 1,0 g/10 min, preferentemente en el intervalo de mayor de 1,0 a 18,0 g/10 min, tal como mayor de 1,0 a 15,0 g/10 min o mayor de 1,1 a 15,0 g/10 min, más preferentemente mayor de 1,2 a 15,0 g/10 min o de 1,5 a 15,0 g/10 min, aún más preferentemente de 2,0 a 15,0 g/10 min, aún más preferentemente de 3,0 a 13,0 g/10 min.

En un ejemplo específico, el polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP), tiene una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 mayor de 1,0 g/10 min, preferentemente en el intervalo de mayor de 1,0 a 18,0 g/10 min, tal como mayor de 1,0 a 15,0 g/10 min o mayor de 1,1 a 15,0 g/10 min, más preferentemente mayor de 1,2 a 15,0 g/10 min o de 1,5 a 15,0 g/10 min, aún más preferentemente de 2,0 a 15,0 g/10 min, aún más preferentemente de 3,0 a 13,0 g/10 min, con la condición de que se excluya el valor de 10,0 g/10 min.

El polipropileno ramificado (b-PP), es decir, del polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), difiere del polipropileno (PP) que se usa para su fabricación en que la estructura básica del propileno ramificado (b-PP), es decir, del polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), cubre las cadenas laterales mientras que el producto de partida, es decir, el polipropileno (PP), no cubre o casi no cubre las cadenas laterales. Las cadenas laterales tienen un impacto significativo sobre la reología del polipropileno. Por consiguiente, el producto de partida, es decir, el polipropileno (PP) y el propileno ramificado obtenido (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), pueden distinguirse claramente por su comportamiento de flujo bajo tensión.

Adicionalmente, como se ha mencionado anteriormente el polipropileno (PP) es preferentemente un polipropileno lineal (1-PP). Se aplican las mismas consideraciones al polipropileno (PP') analizado en detalle a continuación, que en una realización preferida es también un polipropileno lineal (1-PP'). Por consiguiente, en la presente invención, la expresión "polipropileno lineal" indica que el polipropileno lineal muestra ninguna o casi ninguna estructura de ramificación. Debido a la ausencia de ramificaciones, los polipropilenos lineales, es decir, el polipropileno lineal (1-PP) y el polipropileno lineal (1-PP') se caracterizan preferentemente por una baja extensibilidad en estado fundido v₃₀ y/o una baja resistencia en estado fundido F₃₀.

De esta manera se prefiere que el polipropileno lineal (1-PP) tenga

(a) una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 1,0 cN, preferentemente mayor de 2,0 cN, más preferentemente en el intervalo de 1,0 a 65 cN, aún más preferentemente en el intervalo de 1,5 a 50 cN, aún más preferentemente en el intervalo de 2,0 a 50 cN, aún más preferentemente en el intervalo de 2,5 a 50 cN como en el intervalo de 2,5 a 30 cN;

y

(b) una extensibilidad en estado fundido v₃₀ menor de 200 mm/s, preferentemente menor de 190 mm/s, más preferentemente en el intervalo de 100 a menor de 200 mm/s, aún más preferentemente en el intervalo de 120 a 190 mm/s, aún más preferentemente en el intervalo de 120 a 175 mm/s, tal como en el intervalo de 125 a 170 mm/s.

En otras palabras, se prefiere que el polipropileno lineal (1-PP) tenga una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 1,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ menor de 200 mm/s, preferentemente una resistencia en estado

5 fundido F_{30} mayor de 2,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} menor de 190 mm/s, más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 1,0 a 65 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} en el intervalo de 100 a menor de 200 mm/s, aún más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,0 a 50 cN y en el intervalo 120 a 190 mm/s, aún más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,5 a 50 cN y en el intervalo de 120 a 190 mm/s, tal como una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,5 a 30 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} en el intervalo de 120 a 175 mm/s.

Por consiguiente, en una realización específica el polipropileno lineal (1-PP) tiene

10 (a) una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 mayor de 1,0 g/10 min, preferentemente en el intervalo de mayor de 1,0 a 18,0 g/10 min, tal como mayor de 1,0 a 15,0 g/10 min, más preferentemente de 1,5 a 15,0 g/10 min, aún más preferentemente de 2,0 a 15,0 g/10 min, aún más preferentemente de 3,0 a 13,0 g/10 min;

15 (b) una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 1,0 cN, preferentemente mayor de 2,0 cN, más preferentemente en el intervalo de 1,0 a 65 cN, aún más preferentemente en el intervalo de 1,5 a 50 cN, aún más preferentemente en el intervalo de 2,0 a 50 cN, aún todavía más preferentemente en el intervalo de 2,5 a 50 cN, tal como en el intervalo de 2,5 a 30 cN; y

(c) una extensibilidad en estado fundido v_{30} menor de 200 mm/s, preferentemente menor de 190 mm/s, más preferentemente en el intervalo de 100 a menor de 200 mm/s, aún más preferentemente en el intervalo de 120 a 190 mm/s, aún más preferentemente en el intervalo de 120 a 175 mm/s, tal como en el intervalo de 125 a 170 mm/s.

20 Por lo tanto, en una realización específica el polipropileno (PP) es un polipropileno lineal (1-PP) que tiene una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) mayor de 1,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 1,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} menor de 200 mm/s, preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en el intervalo de mayor de 1,0 a 18,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 2,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} menor de 190 mm/s, más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en el intervalo de mayor de 1,0 g a 15,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 1,0 a 65 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} en el intervalo de 100 a menor de 200 mm/s, aún más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en el intervalo de más 1,5 a 15,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,0 a 50 cN y en el intervalo de 120 a 190 mm/s, aún más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en el intervalo de 2,0 a 15,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,5 a 50 cN y en el intervalo de 120 a 190 mm/s, tal como una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en el intervalo de 3,0 a 13,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,5 a 30 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} en el intervalo de 120 a 175 mm/s. Preferentemente, el polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP) tiene un punto de fusión de al menos 140 °C, más preferentemente de al menos 150 °C y aún más preferentemente de al menos 158 °C.

35 Adicionalmente, se prefiere que el polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP) se use en forma de partículas del tamaño específico. Por consiguiente, se prefiere que el polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP), tenga

40 (a) una distribución del tamaño de partícula d_{90} menor de 1.500 μm ; más preferentemente menor de 1.000 μm , aún más preferentemente en el intervalo de 50 a menor 1.000 μm , aún más preferentemente en el intervalo de 100 a 800 μm , tal como en el intervalo de 150 a 600 μm ;

y/o

(b) una distribución del tamaño de partícula d_{50} menor de 1.000 μm ; más preferentemente menor de 800 μm , aún más preferentemente en el intervalo de 30 a menor 1.000 μm , aún más preferentemente en el intervalo de 50 a 600 μm , tal como en el intervalo de 100 a 500 μm ;

45 y/o

(c) una relación d_{90}/d_{50} menor de 1,80, más preferentemente menor de 1,75, aún más preferentemente menor de 1,50, aún más preferentemente en el intervalo de 1,00 a 1,75, aún más preferentemente en el intervalo de 1,10 a 1,50.

50 El polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP), puede producirse de una manera conocida, por ejemplo empleando un catalizador de un solo sitio o de Ziegler Natta. El polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP), puede ser un homopolímero de polipropileno (H-PP), preferentemente un homopolímero

de propileno lineal (1-H-PP), o un copolímero de propileno (R-PP), preferentemente un copolímero de propileno lineal (1-R-PP). Respecto al contenido de comonomero y el tipo de comonomero se hace referencia a la información proporcionada anteriormente para el polipropileno ramificado (b-PP), especialmente se hace referencia al copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP). Preferentemente, el polipropileno (PP) es un polipropileno lineal (1-PP). Aún más preferentemente, el polipropileno (PP) es homopolímero de propileno lineal (1-H-PP). Por consiguiente, toda la información proporcionada con respecto a la velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C), punto de fusión, resistencia en estado fundido F_{30} , extensibilidad en estado fundido v_{30} , y tamaño de partícula y distribución del tamaño de partícula, respectivamente, se aplica especialmente para el homopolímero de propileno lineal (1H-PP).

10 En una realización preferida el polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP) está libre de aditivos (A). Por consiguiente, en el caso de que la presente composición de polipropileno comprenda aditivos (A), estos aditivos (A) no se introducen en la composición de polipropileno durante la fabricación del polipropileno ramificado (b-PP), es decir, del polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP).

El polipropileno (PP')

15 Durante la preparación de la presente composición de polipropileno puede añadirse un polipropileno adicional (PP'). Este polipropileno (PP') se usa preferentemente para introducir aditivos (A) en la presente composición de polipropileno. Es un hallazgo adicional de la presente invención que se consiguen resultados especialmente buenos en vista de las propiedades ópticas, es decir, en términos de un bajo índice de gel para la presente composición de polipropileno si los aditivos (A) se introducen mediante el uso de un vehículo de polipropileno específico. Por consiguiente, en una realización preferida, los aditivos (A) se introducen en la presente composición de polipropileno en forma de una mezcla de aditivos (AM), en la que dicha mezcla de aditivos comprende, preferentemente consiste en, el polipropileno (PP') y los aditivos (A).

Preferentemente, el polipropileno (PP') es un polipropileno lineal (1-PP').

25 Más preferentemente el polipropileno (PP'), es decir, el polipropileno lineal (PP'), debe tener un peso molecular bastante bajo y, por tanto, una velocidad de flujo del fundido bastante alta. Por consiguiente, se prefiere que el polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP'), tenga una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 mayor de 1,0 g/10 min, preferentemente en el intervalo de mayor de 1,0 a 18,0 g/10 min, tal como mayor de 1,0 a 15,0 g/10 min, más preferentemente de 1,5 a 15,0 g/10 min, aún más preferentemente de 2,0 a 15,0 g/10 min, aún más preferentemente de 3,0 a 13,0 g/10 min.

30 Preferentemente, el polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP'), tiene un punto de fusión de al menos 140 °C, más preferentemente de al menos 150 °C y aún más preferentemente de al menos 158 °C.

Adicionalmente, como se ha mencionado anteriormente el polipropileno (PP') es preferentemente un polipropileno lineal (1-PP') y, de esta manera, muestra ninguna o casi ninguna estructura de ramificación. Debido a la ausencia de ramificaciones el polipropileno lineal (1-PP') se caracteriza preferentemente por una baja extensibilidad en estado fundido v_{30} y/o una baja resistencia en estado fundido F_{30} .

35

De esta manera, se prefiere que polipropileno lineal (1-PP') tenga

(a) una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 1,0 cN, preferentemente mayor de 2,0 cN, más preferentemente en el intervalo de 1,0 a 65 cN, aún más preferentemente en el intervalo de 1,5 a 50 cN, aún más preferentemente en el intervalo de 2,5 a 50 cN tal como en el intervalo de 2,5 a 30 cN; y

40 (b) una extensibilidad en estado fundido v_{30} menor de 200 mm/s, preferentemente menor de 190 mm/s, más preferentemente en el intervalo de 100 a menor 200 mm/s, aún más preferentemente en el intervalo de 120 a 190 mm/s, aún más preferentemente en el intervalo de 120 a 175 mm/s, tal como en el intervalo de 125 a 170 mm/s.

En otras palabras, se prefiere que el polipropileno lineal (1-PP') tenga una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 1,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} menor de 200 mm/s, preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 2,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} menor de 190 mm/s, más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 1,0 a 65 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} en el intervalo de 100 a menor 200 mm/s, aún más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,0 a 50 cN y en el intervalo de 120 a 190 mm/s, aún más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,5 a 50 cN y en el intervalo de 120 a 190 mm/s, tal como una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,5 a 30 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} en el intervalo de 120 a 175 mm/s.

50

Por consiguiente, en una realización específica el polipropileno lineal (1-PP') tiene

ES 2 626 363 T3

(a) una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 mayor de 1,0 g/10 min, preferentemente en el intervalo de mayor de 1,0 a 18,0 g/10 min, tal como de mayor de 1,0 a 15,0 g/10 min, más preferentemente de 1,5 a 15,0 g/10 min, aún más preferentemente de 2,0 a 15,0 g/10 min, aún más preferentemente de 3,0 a 13,0 g/10 min;

5 (b) una resistencia en estado fundido F_{30} de mayor de 1,0 cN, preferentemente mayor de 2,0 cN, más preferentemente en el intervalo de 1,0 a 65 cN, más preferentemente en el intervalo de 1,5 a 50 cN, aún más preferentemente en el intervalo de 2,0 a 50 cN, aún más preferentemente en el intervalo de 2,5 a 40 cN tal como en el intervalo de 2,5 a 30 cN; y

10 (c) una extensibilidad en estado fundido v_{30} menor de 200 mm/s, preferentemente menor de 190 mm/s, más preferentemente en el intervalo de 100 a menor de 200 mm/s, aún más preferentemente en el intervalo de 120 a 190 mm/s, aún más preferentemente en el intervalo de 120 a 175 mm/s, tal como en el intervalo de 125 a 170 mm/s.

Por lo tanto, en una realización específica, el polipropileno (PP') es un polipropileno lineal (1-PP') que tiene una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) mayor de 1,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 1,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} menor de 200 mm/s, preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en el intervalo de mayor de 1,0 a 18,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 2,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} menor de 190 mm/s, preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en el intervalo de mayor de 1,0 a 15,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 1,0 a 65 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} en el intervalo de 100 a menor de 200 mm/s, aún más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en el intervalo de mayor de 1,5 a 15,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,0 a 50 cN y en el intervalo de 120 a 190 mm/s, aún más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en el intervalo de mayor de 2,0 a 15,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,0 a 50 cN y en el intervalo de 120 a 190 mm/s, tal como una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) en el intervalo de mayor de 3,0 a 13,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F_{30} en el intervalo de 2,5 a 30 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} en el intervalo de 120 a 175 mm/s.

Adicionalmente se prefiere que el polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP') se use en forma de partículas de tamaño específico. Por consiguiente, se prefiere que el polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP') tenga

30 (a) una distribución del tamaño de partícula d_{90} menor de 1.500 μm ; más preferentemente menor de 1.000 μm , aún más preferentemente en el intervalo de 50 a menor de 1.000 μm , aún más preferentemente en el intervalo de 100 a 800 μm , tal como en el intervalo de 150 a 600 μm ;

y/o

35 (b) una distribución del tamaño de partícula d_{50} menor de 1.000 μm ; más preferentemente menor de 800 μm , aún más preferentemente en el intervalo de 30 a menor de 1.000 μm , aún más preferentemente en el intervalo de 50 a 600 μm , tal como en el intervalo de 100 a 500 μm ; y/o

(c) una relación d_{90}/d_{50} menor de 1,80, más preferentemente menor de 1,75, aún más preferentemente menor de 1,50, aún más preferentemente en el intervalo de 1,00 a 1,75, aún más preferentemente en el intervalo de 1,10 a 1,50.

40 El polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP'), puede producirse de una manera conocida, por ejemplo empleando un catalizador de un solo sitio o de Ziegler Natta. El polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP'), puede ser un homopolímero de propileno (H-PP'), preferentemente un homopolímero de propileno lineal (1-H-PP'), o un copolímero de propileno (R-PP'), preferentemente un copolímero de propileno lineal (1-R-PP'). Respecto al contenido de comonomero y el tipo de comonomero se hace referencia a la información proporcionada anteriormente para el polipropileno ramificado (b-PP), especialmente se hace referencia al copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia en estado fundido (R-HMS-PP). Preferentemente, el polipropileno (PP') es un polipropileno lineal (1-PP'). Aún más preferentemente el polipropileno (PP') es homopolímero de propileno lineal (1-H-PP'). Por consiguiente, toda la información proporcionada con respecto a la velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C), punto de fusión, resistencia en estado fundido F_{30} , extensibilidad en estado fundido v_{30} , y tamaño de partícula y distribución del tamaño de partícula, respectivamente, se aplica especialmente para el homopolímero de propileno lineal (1-H-PP').

En una realización específica el polipropileno (PP) y el polipropileno lineal (PP') son iguales. Por consiguiente, en una realización preferida el polipropileno (PP) y el polipropileno (PP') son homopolímeros de polipropileno lineales, es decir, un homopolímero de propileno lineal (1-H-PP') y un homopolímero de propileno lineal (1-H-PP'), con las mismas propiedades, en particular respecto a la velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C), resistencia en estado

fundido F_{30} y extensibilidad en estado fundido v_{30} como se ha analizado anteriormente.

Como se ha mencionado anteriormente, el polipropileno (PP') se usa como vehículo para introducir los aditivos (A) en la composición de polipropileno. En otras palabras, se usa una mezcla de aditivos (AM) que comprende, preferentemente que consiste en el polipropileno (PP') y los aditivos (A) en el presente proceso para la fabricación de la composición de polipropileno.

Los aditivos (A) pueden ser cualquier aditivo útil en el área técnica de los polipropilenos de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) y sus aplicaciones. Por consiguiente, los aditivos (A) a usar en la composición de polipropileno de la invención y, de esta manera, en forma de la mezcla de aditivos (AM) incluyen, aunque sin limitación, estabilizadores tales como antioxidantes (por ejemplo, fenoles con impedimentos estéricos, fosfitos/fosfonitos, antioxidantes que contienen azufre, eliminadores de radical alquilo, aminas aromáticas, estabilizadores de amina con impedimentos estéricos o combinaciones de los mismo), desactivadores metálicos (por ejemplo, Irganox MD 1024) o estabilizadores UV (por ejemplo, estabilizadores de luz de amina con impedimentos estéricos). Otros aditivos típicos son modificadores tales como agentes antiestáticos o antiempañamiento (por ejemplo, aminas y amidas etoxiladas o ésteres de glicerol), eliminadores de ácido (por ejemplo, estearato de Ca), agentes de soplado, agentes adherentes (por ejemplo, poliisobuteno), lubricantes y resinas (ceras de ionómero, ceras de copolímero de PE y etileno, ceras de Fischer-Tropsch, ceras basadas en Montana, compuestos basados en flúor o ceras de parafina), agentes de nucleación (por ejemplo, talco, benzoatos, compuestos basados en fósforo, sorbitoles, compuestos basados en nonitol, o compuestos basados en amida), así como agentes de deslizamiento y antibloqueo (por ejemplo, erucamida, oleamida, sílice natural tipo talco y sílice sintética o zeolitas). Preferentemente, los aditivos (A) se seleccionan entre el grupo que consiste en antioxidantes (por ejemplo, fenoles con impedimentos estéricos, fosfitos/fosfonitos, antioxidantes que contienen azufre, eliminadores del radical alquilo, aminas aromáticas, estabilizadores de amina con impedimentos estéricos o combinaciones de los mismos), desactivadores metálicos (por ejemplo, Irganox MD 1024) o estabilizadores UV (por ejemplo, estabilizadores de luz de amina con impedimentos estéricos), agentes antiestáticos o antiempañamiento (por ejemplo, aminas y amidas etoxiladas o ésteres de glicerol), eliminadores de ácidos (por ejemplo, estearato de Ca), agentes de soplado, agentes adherentes (por ejemplo, poliisobuteno), lubricantes y resinas (ceras de ionómero, ceras de copolímero de PE y etileno, ceras de Fischer-Tropsch, ceras basadas en Montana, compuestos basados en flúor o ceras de parafina), agentes de nucleación (por ejemplo, talco, benzoatos, compuestos basados en fósforo, sorbitoles, compuestos basados en nonitol, o compuestos basados en amida), agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo (por ejemplo, erucamida, oleamida, sílice natural tipo talco y sílice sintética o zeolitas) y mezclas de los mismos.

Típicamente, la cantidad total de aditivos (A) en la mezcla de aditivos (AM) no es mayor del 25 % en peso, más preferentemente no mayor del 20 % en peso, tal como en el intervalo del 5 al 20 % en peso, basado en el peso total de la mezcla de aditivos (AM).

La composición de polipropileno

Como se ha mencionado anteriormente, debido al presente proceso se obtiene una composición de polipropileno que comprende un polipropileno ramificado (b-PP), es decir, un polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP). En una realización preferida la presente composición de polipropileno comprende un polipropileno ramificado (b-PP), es decir, un polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), un polipropileno (PP'), preferentemente un polipropileno lineal (1-PP') y, opcionalmente, al menos un aditivo (A).

El componente principal en la presente composición de polipropileno es el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP). Por consiguiente, la composición de polipropileno comprende al menos un 70 % en peso, más preferentemente al menos un 75 % en peso, aún más preferentemente al menos un 80 % en peso, aún más preferentemente al menos un 85 % en peso, aún todavía más preferentemente al menos un 90 % en peso, tal como al menos un 95 % en peso, del polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP).

Más preferentemente la presente composición del polipropileno comprende

(a) de 80 a 90 partes en peso, preferentemente de 90 a 99 partes en peso, más preferentemente de 95 a 99 partes en peso del polipropileno ramificado (b-PP), preferentemente del polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP); y

(b) de 1 a 20 partes en peso, preferentemente de 1 a 10 partes en peso, más preferentemente de 1 a 5 partes en peso de polipropileno (PP'), preferentemente del polipropileno lineal (1-PP').

En una realización preferida el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) y el polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP'), son los únicos componentes poliméricos en la composición de polipropileno. En otras palabras, la composición de polipropileno

5 puede comprender adicionalmente al menos un aditivo (A) como se ha definido con más detalle anteriormente, pero no otros polímeros en una cantidad que supere el 5 % en peso, más preferentemente que supere el 2 % en peso, aún más preferentemente que supere el 1 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno. En una realización específica la composición de polipropileno consiste en el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), el polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP') y al menos un aditivo (A).

Preferentemente, la cantidad total de aditivos (A) en la composición de polipropileno no es mayor del 5,0 % en peso, más preferentemente no mayor del 1,0 % en peso, tal como en el intervalo del 0,005 al 0,5 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno.

10 Por lo tanto, el presente proceso se refiere a la fabricación de una composición de polipropileno que comprende

(a) de 80 a 99 partes en peso, preferentemente de 90 a 99 partes en peso, más preferentemente de 95 a 99 partes en peso del polipropileno ramificado (b-PP), es decir, del polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP);

15 (b) de 1 a 20 partes en peso, preferentemente de 1 a 10 partes en peso, más preferentemente de 1 a 5 partes en peso del polipropileno (PP'), preferentemente del polipropileno lineal (1-PP'), que tiene una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de 1,0 a 18,0 g/10 min, preferentemente de 1,0 a 15,0 g/10 min, más preferentemente de 1,5 a 15,0 g/1 min, aún más preferentemente de 2,0 a 15,0 g/10 min, tal como de 3,0 a 13,0; y

20 (c) opcionalmente, de 0,005 a 5,0, preferentemente de 0,005 a 2,0, más preferentemente de 0,05 a 1,0, tal como de 0,05 a 0,5 partes en peso de aditivos (A), en la que dichos aditivos (A) se seleccionan preferentemente entre el grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antiempañamiento, eliminadores de ácidos, agentes de soplado, agentes adherentes, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos.

25 Como se ha mencionado anteriormente, el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), es la parte dominante en la presente composición de polipropileno. Por consiguiente, se prefiere que la composición de polipropileno final muestre un comportamiento reológico similar al polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP).

De esta manera, la presente composición de polipropileno tiene

30 (a) una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 5,8 cN, tal como mayor de 5,8 a 20,0 cN; más preferentemente mayor de 6,0 cN, aún más preferentemente de 6,0 a 18,0 cN, aún más preferentemente de 6,2 a 15,0 cN, aún más preferentemente de 6,0 a 13,0 cN o de 6,5 a 13,0 cN, y lo más preferentemente de 6,0 a 12,0 cN o de 6,5 a 12,0 cN, tal como de 6,6 a 12,0 cN o de 6,6 a 11,5 cN;

y

35 (b) una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 210 a 300 mm/s, tal como de mayor de 220 a 300 mm/s, más preferentemente mayor de 225 mm/s, aún más preferentemente de 225 a 300 mm/s, aún más preferentemente de 230 a 290 mm/s.

40 En una realización especialmente preferida, la presente composición de polipropileno tiene una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 5,8 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 210 a 300 mm/s, tal como una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 5,8 a 20,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 220 a 300 mm/s, más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 6,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 225, aún más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,0 a 18,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 225 a 300 mm/s, aún más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,2 a 15,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s, aún más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,2 a 13,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s, lo más preferentemente una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,0 a 12, cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s, tal como una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,6 a 11,5 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 230 a 290 mm/s.

50 Adicional o alternativamente, la presente composición de polipropileno puede definirse adicionalmente por el factor de endurecimiento por deformación (SHF). Por consiguiente, se prefiere que la presente composición de polipropileno tenga un factor de endurecimiento por deformación (SHF) de al menos 1,7, más preferentemente de al menos 1,9, aún más preferentemente en el intervalo de 1,9 a 7,0, aún más preferentemente en el intervalo de 1,9 a 6,5 medido a una tasa de deformación de 3,0 s⁻¹ y una deformación de Hencky de 2,5.

Adicionalmente, se prefiere que la presente composición de polipropileno tenga una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de al menos 2,0 g/10 min, más preferentemente en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, aún más preferentemente en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, aún más preferentemente en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, tal como en un intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, tal como de 8,0 a 12,0 g/10 min.

De esta manera, en una realización específica, la presente composición de polipropileno tiene

(a) una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) de al menos 2,0 g/10 min, preferentemente en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, más preferentemente en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, aún más preferentemente en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, aún más preferentemente en un intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, tal como en un intervalo de 8,0 a 12,0 g/10 min;

(b) una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 5,8 cN, tal como mayor de 5,8 a 20,0 cN, más preferentemente mayor de 6,0 cN, aún más preferentemente de 6,0 a 18,0 cN, aún más preferentemente de 6,2 a 15,0 cN, aún más preferentemente de 6,0 a 13,0 cN o de 6,2 a 13,0 cN, lo más preferentemente de 6,0 a 12,0 cN o de 6,5 a 12,0 cN, tal como de 6,6 a 12,0 cN o de 6,6 a 11,5 cN; y

(c) una extensibilidad en estado fundido v₃₀ mayor de 210 a 300 mm/s, tal como de mayor de 220 a 300 mm/s, más preferentemente de mayor de 225 mm/s, aún más preferentemente de 225 a 300 mm/s, aún más preferentemente de 230 a 290 mm/s.

Por consiguiente, en una realización más específica, la presente composición de polipropileno tiene una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) de al menos 2,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 5,8 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ mayor de 210 a 300 mm/s, tal como una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 5,8 a 20,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ mayor de 220 a 300 mm/s, más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 6,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ mayor de 225 mm/s, aún más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F₃₀ de 6,0 a 18,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ de 225 a 300 mm/s, aún más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) en un intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F₃₀ de 6,2 a 15,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ de 230 a 290 mm/s, aún más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) en un intervalo de 6,2 a 13,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F₃₀ de 6,2 a 13,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ de 230 a 290 mm/s, lo más preferentemente una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) en un intervalo de 8,0 a 12,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F₃₀ de 6,0 a 12,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ de 230 a 290 mm/s, tal como una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) en un intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, una resistencia en estado fundido F₃₀ de 6,6 a 11,5 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ de 230 a 290 mm/s.

Un hallazgo esencial de la presente invención es que la presente composición de polipropileno y, por tanto, las películas fabricadas a partir de dicha composición de polipropileno (especialmente como se define más adelante) muestran un índice de gel OCS reducido. Por consiguiente, se prefiere que la presente composición de polipropileno tenga un índice de gel OCS menor de 1.000, preferentemente menor de 800, más preferentemente menor de 500, aún más preferentemente en el intervalo de 5 a 800, aún más preferentemente en el intervalo de 10 a 300, todavía más preferentemente en el intervalo de 10 a 200.

Teniendo en cuenta la información proporcionada anteriormente, la presente invención cubre por ejemplo una composición de polipropileno que comprende

(a) de 80 a 99 partes en peso, preferentemente de 90 a 99 partes en peso, más preferentemente de 95 a 99 partes en peso del polipropileno ramificado (b-PP), es decir, del polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP);

(b) de 1 a 20 partes en peso, preferentemente de 1 a 10 partes en peso, más preferentemente de 1 a 5 partes en peso de polipropileno (PP'), preferentemente del polipropileno lineal (1-PP'), que tiene una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de 1,0 a 18,0 g/10 min, preferentemente de 1,0 a 15,0 g/10 min, más preferentemente de 1,5 a 15,0 g/10 min, aún más preferentemente de 2,0 a 15,0 g/10 min, tal como de 3,0 a 13,0; y

(c) opcionalmente de 0,005 a 5,0, preferentemente de 0,005 a 2,0, más preferentemente de 0,05 a 1,0, tal como de 0,05 a 0,5 partes en peso de aditivos (A), en la que dichos aditivos (A) se seleccionan preferentemente entre el grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antiempañamiento, eliminadores de ácidos, agentes de soplado, agentes adherentes, lubricantes, agentes de

nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos;

en la que la composición de polipropileno tiene

5 - una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) de al menos 2,0 g/10 min, preferentemente en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, más preferentemente en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, aún más preferentemente en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, aún más preferentemente en un intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, tal como en un intervalo de 8,0 a 12,0 g/10 min; y

- un índice de gel OCS menor de 1.000, preferentemente menor de 800, más preferentemente menor de 500, aún más preferentemente en el intervalo de 5 a 800, aún más preferentemente en el intervalo de 10 a 300, aún más preferentemente en el intervalo de 10 a 200;

10 y en la que la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) tiene/tienen:

15 - una resistencia en estado fundido F_{30} mayor de 5,8 cN, tal como mayor de 5,8 a 20,0 cN; más preferentemente mayor de 6,0 cN, aún más preferentemente de 6,0 a 18,0 cN, aún más preferentemente de 6,2 a 15,0 cN, aún más preferentemente de 6,0 a 13,0 cN o de 6,2 a 13,0 cN, lo más preferentemente de 6,0 a 12,0 cN o de 6,5 a 12,0 cN, tal como de 6,6 a 12,0 cN o de 6,6 a 11,5 cN; y

- una extensibilidad en estado fundido v_{30} mayor de 210 a 300 mm/s, tal como mayor de 220 a 300 mm/s, más preferentemente mayor de 225 mm/s, aún más preferentemente de 225 a 300 mm/s, aún más preferentemente de 230 a 290 mm/s.

La película

20 Como se ha mencionado anteriormente, la presente invención también se caracteriza por una película que comprende la presente composición de polipropileno como se ha descrito en este documento. Preferentemente, la película es una película colada o una película soplada. La película puede ser también una película orientada biaxialmente, tal como una película soplada orientada biaxialmente. Las diferencias entre tales películas las conoce un experto en la materia. Se ha referencia en este sentido a "Polypropylene Handbook", páginas 405 a 414, 2ª edición, Nello Pasquini (Ed.), Hanser. Preferentemente, la película comprende al menos un 70 % en peso, más preferentemente al menos un 80 % en peso, más preferentemente al menos un 90 % en peso, aún más preferentemente al menos un 95 % en peso de la composición de polipropileno de acuerdo con la presente invención. En una realización preferida, la película consiste en la presente composición de polipropileno.

El proceso

30 Un aspecto esencial de la presente invención es la fabricación de la composición de polipropileno que comprende el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, que comprende el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), usando el polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP). En otras palabras, la presente invención se refiere a un proceso para proporcionar una composición de polipropileno que comprende el polipropileno ramificado (b-PP), en que el proceso comprende al menos una etapa (a) en la que un polipropileno (PP) se hace reaccionar con un agente de formación de radicales libres de descomposición térmica y, opcionalmente, con un monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o con un polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados, obteniendo de esta manera el polipropileno ramificado (b-PP). Preferentemente, el presente proceso comprende, después de la etapa (a), una etapa adicional (b), en la que al polipropileno ramificado (b-PP), es decir, al polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) se le añade el polipropileno (PP'). Aún más preferentemente, el presente proceso comprende, después de la etapa (a), una etapa adicional (b), en la que al polipropileno ramificado (b-PP), es decir, al polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) se le añade la mezcla de aditivos (AM) que comprende el polipropileno (PP') y los aditivos (A). Respecto a las definiciones y realizaciones preferidas de la composición de polipropileno, el polipropileno ramificado (b-PP), el polipropileno (PP), el polipropileno (PP'), los aditivos (A) y la mezcla de aditivos (AM), se hace referencia a la información proporcionada anteriormente.

45 Como se ha mencionado anteriormente, en la etapa (a) el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), se obtiene tratando el polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP), con agentes formadores de radicales de descomposición térmica. Sin embargo, en tal caso, existe un alto riesgo de que se degrade el polipropileno (PP), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP), lo que es perjudicial. De esta manera, se prefiere que la modificación química se consiga mediante el uso adicional de un monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o un polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados como unidad o unidades de unión química. Un método adecuado para obtener el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), se desvela

por ejemplo en los documentos EP 0 787 750, EP 0 879 830 A1 y EP 0 890 612 A2.

De esta manera, la cantidad de agentes formadores de radicales de descomposición térmica, preferentemente de peróxido, preferentemente está en el intervalo del 0,05 al 3,00 % en peso basado en la cantidad de polipropileno (PP). Típicamente, los agentes formadores de radicales de descomposición térmica se añaden junto con monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o con polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados al polipropileno (PP), preferentemente al polipropileno lineal (1-PP). Sin embargo, también es posible, aunque menos preferido, que en primer lugar el monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o el polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados se añadan al polipropileno (PP), preferentemente al polipropileno lineal (1-PP), y posteriormente los agentes formadores de radicales de descomposición térmica, o al revés, en primer lugar los agentes formadores de radicales de descomposición térmica se añaden al polipropileno (PP), preferentemente al polipropileno lineal (1-PP) y posteriormente el monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o el polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados. Respecto al monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o el polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados usados para la fabricación del polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), se hace referencia a la sección "el polipropileno ramificado".

Como se ha indicado anteriormente, se prefiere que el monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o el polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados se usen en presencia de un agente de formación de radicales libres de descomposición térmica.

Los peróxidos son los agentes formadores de radicales libres de descomposición térmica preferidos. Más preferentemente, los agentes formadores de radicales libres de descomposición térmica se seleccionan entre el grupo que consiste en peróxido de acilo, peróxido de alquilo, hidroperóxido, peréster y peroxicarbonato.

Los siguientes peróxidos enumerados son particularmente preferidos:

Peróxidos de acilo: peróxido de benzoilo, peróxido de 4-clorobenzoilo, peróxido de 3-metoxibenzoilo y/o peróxido de metilbenzoilo.

Peróxidos de alquilo: peróxido de alil-t-butilo, 2,2-bis(t-butilperoxibutano), 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, n-butil-4,4-bis(t-butilperoxi)valerato, peróxido de diisopropilaminometil-t-amilo, peróxido de dimetilaminometil-t-amilo, peróxido de dietilaminometil-t-butilo, peróxido de dimetilaminometil-t-butilo, 1,1-di-(t-amilperoxi)ciclohexano, peróxido de t-amilo, peróxido de t-butilcumilo, peróxido de t-butilo y/o peróxido de 1-hidroxibutil-n-butilo.

Perésteres y peroxicarbonatos: peracetato de butilo, peracetato de cumilo, perpropionato de cumilo, peracetato de ciclohexilo, peradipato de di-t-butilo, perazelato de di-t-butilo, perglutarato de di-t-butilo, pertalato de di-t-butilo, persebacato de di-t-butilo, perpropionato de 4-nitrocumilo, perbenzoato de 1-feniletilo, nitro-perbenzoato de feniletilo, percarboxilato de t-butilbiciclo-(2,2,1)heptano, t-butil-4-carbometoxiperbutirato, percarboxilato de t-butilciclobutano, peroxicarboxilato de t-butilciclohexilo, percarboxilato de t-butilciclopentilo, percarboxilato de t-butilciclopropano, percinnamato de t-butildimetilo, t-butil-2-(2,2-difenilvinil)perbenzoato, t-butil-4-metoxiperbenzoato, t-butilperbenzoato, t-butilcarboxiciclohexano, pernaftoato de t-butilo, peroxiisopropilcarbonato de t-butilo, pertoluoato de t-butilo, percarboxilato de t-butil-1-fenilciclopropilo, t-butil-2-propilperpenteno-2-oato, percarboxilato de t-butil-1-metilciclopropilo, peracetato de t-butil-4-nitrofenilo, peroxicarbamato de t-butilnitrofenilo, t-butil-N-succinimidopercarboxilato, percrotonato de t-butilo, ácido t-butilpermaleico, permetacrilato de t-butilo, peroctoato de t-butilo, peroxiisopropilcarbonato de t-butilo, perisobutirato de t-butilo, peracrilato de t-butilo y/o perpropionato de t-butilo.

Se contemplan también mezclas de los agentes formadores de radicales libres indicados anteriormente.

Preferentemente, la etapa (b) se inicia cuando ha tenido lugar al menos un 70 %, preferentemente al menos un 80 %, aún más preferentemente al menos un 90 %, tal como al menos un 95 o 99 % de la reacción entre el polipropileno (PP) y el agente de formación de radicales libres de descomposición térmica, opcionalmente el monómero bifuncionalmente insaturado, para obtener el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP).

En una realización preferida, se usa una extrusora, tal como una extrusora de doble tornillo para las etapas (a) y (b).

El uso de una extrusora es particularmente ventajoso en tanto que puede usarse simultáneamente para la preparación del propileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), y posteriormente para añadir el polipropileno (PP') o para añadir la mezcla de aditivos (AM) a dicho propileno ramificado (b-PP). En una realización preferida, el polipropileno (PP) se añade a una extrusora junto con, como se

ha descrito con detalle anteriormente, el agente de formación de radicales libres de descomposición térmica, preferentemente un peróxido y, opcionalmente, con el monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o el polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados, preferentemente con el monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados seleccionados entre compuestos de divinilo, compuestos de alilo o dienos, para proporcionar el polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP) en la etapa (a). También es posible usar una combinación de una extrusora aguas abajo de un dispositivo de premezcla, en el que el monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o el polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados y el agente de formación de radicales libres de descomposición térmica se añaden al polipropileno en el dispositivo de premezcla. Posteriormente, en una etapa (b), el polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP') o la mezcla de aditivos (AM) basada en dicho polipropileno (PP'), preferentemente basada en dicho polipropileno lineal (1-PP), que comprende al menos un aditivo (A), se añade preferentemente al extremo aguas abajo del tornillo de la extrusora para no interferir con la reacción de modificación para proporcionar polipropileno ramificado (b-PP), es decir, el polipropileno de alta resistencia en estado fundido (HMS-PP), como se ha descrito anteriormente. En este sentido, la expresión "extremo aguas abajo del tornillo de la extrusora" se entiende que está dentro de al menos el 60 % de la longitud del tornillo de la extrusora, preferentemente dentro de al menos el 65 % de la longitud del tornillo de la extrusora, más preferentemente dentro de al menos el 70 % de la longitud del tornillo de la extrusora, tal como al menos el 75 % de la longitud del tornillo de la extrusora.

Por consiguiente, la extrusora (E) usada para el presente proceso preferentemente comprende, en la dirección de operación, una boca de alimentación (FT), una primera zona de mezcla (MZ1), una segunda zona de mezcla (MZ2) y una boquilla (D), en la que entre la primera zona de mezcla (MZ1) y la segunda zona de mezcla (MZ2) está localizada una boca de alimentación lateral (SFT). Preferentemente, la extrusora es una extrusora de tornillo, tal como una extrusora de doble tornillo. Por consiguiente, el polipropileno (PP), el agente de formación de radicales libres de descomposición térmica, preferentemente un peróxido y, opcionalmente, el monómero bifuncionalmente insaturado y/o el polímero de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturado, preferentemente seleccionado de compuestos de divinilo, compuestos de alilo o dienos, pero no el polipropileno (PP'), es decir, no el polipropileno lineal (1-PP'), y no los aditivos (A), se alimentan a través de la boca de alimentación (FT), usando preferentemente de esta manera una alimentadora, en la extrusora y se hacen pasar posteriormente aguas abajo a través de la primera zona de mezcla (MZ1). Preferentemente, la tensión de cizalla en dicha primera zona de mezcla (MZ1) es de tal extensión que el polipropileno (PP) se funde y se inicia la reacción química con el agente de formación de radicales libres y con el monómero bifuncionalmente insaturado y/o el polímero de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturado. Después de la primera zona de mezcla (MZ1), es decir, entre la primera zona de mezcla (MZ1) y la segunda zona de mezcla (MZ2), se añade el polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP') o la mezcla de aditivos (AM), es decir, se alimenta a la extrusora. Preferentemente, el polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP'), o la mezcla de aditivos (AM) se añade a través de la boca de alimentación lateral (SFT), usando preferentemente de esta manera una alimentadora lateral. Posteriormente, todos los componentes de la composición de polipropileno incluyendo el polipropileno (PP'), preferentemente el polipropileno lineal (1-PP'), o la mezcla de aditivos (AM), se hacen pasar aguas abajo a través de la segunda zona de mezcla (MZ2). Finalmente, la composición del polipropileno se descarga a través de la boquilla (D).

Preferentemente, la primera zona de mezcla (MZ1) es más larga que la segunda zona de mezcla (MZ2). Preferentemente, la relación de longitud entre la primera zona de mezcla (MZ1) a la segunda zona de mezcla (MZ2) [mm (MZ1) / mm (MZ2)] es al menos 2/1, más preferentemente 3/1, aún más preferentemente en el intervalo de 2/1 a 15/1, aún más preferentemente de 3/1 a 10/1.

La preparación de las películas se consigue como se conoce en la técnica. Por ejemplo, la película puede producirse mediante tecnología de película colada o de película soplada. En la tecnología de película colada la composición de polipropileno fundido se extruye a través de una boquilla de extrusión de ranuras sobre un rodillo de enfriamiento para enfriar el polímero hasta una película sólida. Típicamente, la composición de polipropileno se comprime en primer lugar y se licua en una extrusora, siendo posible que cualquier aditivo se haya añadido ya al polímero o se introduzca en esta etapa a través de una mezcla madre. El fundido después se fuerza a través de una boquilla de película plana (boquilla de ranura), y la película extruida se recoge sobre uno o más rodillos de extracción, tiempo durante el cual se enfría y solidifica. Ha resultado particularmente favorable mantener el rodillo o rodillos de extracción, mediante los cuales la película extruida se enfría y solidifica, a una temperatura de 10 a 50 °C, preferentemente de 10 a 40 °C, más preferentemente de 12 a 35 °C. El producto obtenido es una película no estirada que, si se desea, puede estirarse biaxialmente.

En el proceso de película soplada, la composición de polipropileno se extruye a través de una boquilla anular y se sopla en una película tubular formando una burbuja que se colapsa entre rodillos de presión después de la solidificación. La extrusión soplada puede efectuarse preferentemente a una temperatura en el intervalo de 160 a 240 °C, y se enfría mediante agua o preferentemente soplando gas (generalmente aire) a una temperatura de 10 a 50 °C para proporcionar una altura de línea de congelación de 0,5 a 8 veces el diámetro de la boquilla. La relación de soplado generalmente debería estar en el intervalo de 1,5 a 4, tal como de 2 a 4, preferentemente de 2,5 a 3,5.

A continuación, la presente invención se describe más detalladamente mediante ejemplos.

Ejemplos

A. Métodos de medición

5 Se aplican las siguientes definiciones de términos y métodos de determinación para la descripción general anterior de la invención, así como a los siguientes ejemplos a menos que se defina de otra manera.

Contenido de comonomero en el polipropileno

10 El contenido de comonomero se determina por espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier cuantitativa (FTIR) después de la asignación básica calibrada por espectroscopía de resonancia magnética nuclear cuantitativa de ¹³C (RMN) de una manera bien conocida en la técnica. Se presan películas finas hasta un espesor de 250 μm y los espectros se registran en modo transmisión.

Específicamente, el contenido de etileno de un copolímero de polipropileno-co-etileno se determina usando el área de pico corregida de línea inicial de las bandas cuantitativas encontradas a 720-722 y 730-733 cm⁻¹. Los copolímeros de propileno-1-buteno se evaluaron a 767 cm⁻¹. Se obtienen resultados cuantitativos basándose en la referencia al espesor de película.

15 Temperatura de fusión (T_m) y calor de fusión (H_f), temperatura de cristalización (T_c) y calor de cristalización (H_c): medidos con calorimetría diferencial de barrido Mettler TA820 (DSC) en muestras de 5 a 10 mg. La DSC se ejecuta de acuerdo con ISO 3146/parte 3/método C2 en un ciclo calor/frío/calor con una velocidad de exploración de 10 °C/min en el intervalo de temperatura de +23 a +210 °C. La temperatura de cristalización y el calor de cristalización (H_c) se determinan a partir de la etapa de enfriamiento, mientras que la temperatura de fusión y el calor de fusión (H_f) se determinan a partir de la segunda etapa de calentamiento.

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

Factor de endurecimiento por deformación (SHF)

El factor de endurecimiento por deformación se define como

$$SHF = \frac{\eta_E^+(t, \dot{\epsilon})}{\eta_{LVE}^+(t)} = \frac{\eta_E^+(t, \dot{\epsilon})}{3\eta^+(t)}$$

25 en la que $\eta_E^+(t, \dot{\epsilon})$ es la viscosidad extensional uniaxial; y $\eta_{LVE}^+(t)$ es tres veces la viscosidad de cizalla dependiente del tiempo $\eta^+(t)$ en el intervalo lineal de deformación.

30 La determinación de la envoltura viscoelástica lineal en extensión $\eta_{LVE}^+(t)$ usando IRIS Rheo requería el cálculo de un espectro de tiempo de relajación discreto a partir de los datos de módulo de almacenamiento y pérdida (G', G'' (ω)). Los datos viscoelásticos lineales (G', G'' (ω)) se obtienen por mediciones de barrido de frecuencia tomadas a 180 °C para polipropileno o a 140 °C para polietileno en un instrumento Anton Paar MCR 300 equipado con placas paralelas de 25 mm. Los principios de cálculo subyacentes usados para la determinación del espectro de relajación discreto se describen en Baumgärtel M, Winter HH, "Determination of the discrete relaxation and retardation time spectra from dynamic mechanical data", Rheol. Acta 28: 511519 (1989). IRIS RheoHub 2008 expresa el espectro de tiempo de relajación como una suma de los modos N de Maxwell

$$G(t) = G_e \cdot \sum_1^N g_i \cdot e^{-\frac{t}{\lambda_i}}$$

35

en la que g_i y λ_i son parámetros del material y G_e es el módulo de equilibrio.

La elección para el número máximo de modos, N usado para la determinación del espectro de relajación discreto, se realiza usando la opción "óptimo" de IRIS RheoHub 2008. El módulo de equilibrio G_e se ajustó a cero. El ajuste no

lineal usado para obtener $\eta_{LVE}^+(t)$ se realiza en el IRIS Rheo Hub 2008 usando el modelo Doi-Edwards.

La viscosidad extensional uniaxial $\eta_E^+(t, \dot{\epsilon})$ se obtiene a partir de las mediciones de flujo extensional uniaxial, realizadas en un instrumento Anton Para MCR 501 acoplado con una fijación extensional Sentmanat (SER-1). La temperatura para las mediciones de flujo extensional uniaxial se ajustó a 180 °C, aplicando tasas de extensión (deformación) $\partial\epsilon/\partial t$ que variaban de 0,3 s⁻¹ a 10 s⁻¹ y cubriendo un intervalo de deformación de Hencky

$$\epsilon = \ln [(l - l_0) / l_0],$$

siendo l_0 la longitud de fijación de muestra original y l la real, de 0,3 a 3,0. Se tuvo particular cuidado para la preparación de las muestras para flujo extensional. Las muestras se prepararon por moldeo por compresión a 230 °C seguido de un enfriamiento lento a temperatura ambiente (no se usó enfriamiento forzado con agua o aire). Este procedimiento permitió obtener muestras bien conformadas libres de tensiones residuales. La muestra se dejó durante algunos minutos a la temperatura de ensayo para asegurar la estabilidad térmica (temperatura de ajuste $\pm 0,1$ °C), antes de realizar las mediciones de flujo extensional uniaxial.

Resistencia en estado fundido F_{30} y extensibilidad en estado fundido v_{30}

El ensayo descrito en este documento sigue la norma ISO 16790:2005.

El comportamiento de endurecimiento por deformación se determina por el método descrito en el artículo "Rheotens-Mastercurves and Drawability of Polymer Melts", M. H. Wagner, Polymer Engineering and Science, vol. 36, páginas 925 a 935. El contenido del documento se incluye por referencia. El comportamiento de endurecimiento por deformación de los polímeros se analiza mediante un aparato Rheotens (producto de Göttfert, Siemensstr.2, 74711 Buchen, Alemania) en el que una tira fundida se alarga por estirado con una aceleración definida.

El experimento en el Rheotens simula un proceso de hilado y extrusión industrial. En principio, se prensa o extruye un fundido a través de una boquilla redonda y se tira de la hebra resultante. La tensión sobre el extruido se registra, como una función de las propiedades del fundido y de los parámetros de medición (especialmente la relación entre la salida y la velocidad de tracción, prácticamente una medida de la velocidad de extensión). Para los resultados presentados a continuación, los materiales se extruyeron con una extrusora de laboratorio del sistema HAAKE PolyLab y una bomba de engranajes con boquilla cilíndrica (L/D = 6,0/2,0 mm). La bomba de engranajes se preajustó a una velocidad de extrusión de hebra de 5 mm/s y la temperatura del fundido se ajustó a 200 °C. La longitud de la línea de hilado entre la boquilla y las ruedas del Rheotens era de 80 mm. Al comienzo del experimento, la velocidad de captación de las ruedas del Rheotens se ajustó a la velocidad de la hebra de polímero extruido (fuerza de tracción cero): Después el experimento se inició aumentando lentamente la velocidad de captación de las ruedas del Rheotens hasta que el filamento del polímero se rompe. La aceleración de las ruedas era suficientemente pequeña de manera que la fuerza de tracción se midió en condiciones casi estacionarias. La aceleración de la hebra fundida estirada es de 120 mm/s². El Rheotens se hizo funcionar en combinación con el programa informático EXTENS. Éste es un programa de adquisición de datos en tiempo real, que muestra y almacena los datos medidos de fuerza de tracción y velocidad de estirado. Los puntos finales de la curva Rheotens (fuerza frente a velocidad rotatoria de polea) se toma como la resistencia en estado fundido F_{30} y los valores de capacidad de estirado.

Índice de gel OCS

1. Aparato

El aparato consiste en una extrusora de laboratorio ME 25/5200 V1 con tres zonas de calentamiento, un adaptador y una boquilla de 150 mm de ancho. La unidad de seguimiento abarca un rodillo enfriador CR – 8, diámetro 140 mm, incluyendo el dispositivo de calentamiento y enfriamiento Haake C40P (de 15 a 90 °C), una cámara de exploración en línea FS-5 / de 4096 píxeles (conversión digital dinámica de imágenes en escala de grises) y una unidad bobinadora con control de tensión automático de hasta 10 N.

2. Ajustes específicos del material para fabricación de película

El ajuste de temperatura para las zonas de calentamiento en el cilindro y la boquilla se clasifica para polipropileno de acuerdo con los intervalos de MFR en tres grupos:

Grupo 1: intervalo de MFR 0,3-2,0 g/10 min (230 °C/2,16 kg), temperaturas 220/260/270/280/290 °C

Grupo 2: intervalo de MFR 2,0-10 g/10 min (230 °C/2,16 kg), temperaturas 220/230/240/250/260 °C

ES 2 626 363 T3

Grupo 3: intervalo de MFR 10-33 g/10 min (230 °C/2,16 kg), temperaturas 200/220/230/240/240 °C

Parámetros preajustados:

Velocidad rotacional (tornillo): 30 rpm

Velocidad de tracción: 3 m/min;

5 El espesor de la película es de 50 μm

3. Medición

Después de que se satisfagan los siguientes parámetros: en el caso de materiales similares, un período de ejecución de aproximadamente 60 min, en el caso de materiales muy diferentes, aproximadamente 120 min.

10 Objetivo: ajuste de una película homogénea a una presión de fusión y una temperatura de fusión constantes. El área de medición se normaliza a 5 m^2 . La propia medición se termina automáticamente cuando se consigue el área. El informe se imprimirá simultáneamente.

4. Análisis

El número de defectos encontrado, en referencia a $1/\text{m}^2$, se divide en clases de acuerdo con el tamaño y se multiplica por el factor de masa, que suman hasta el índice de gel.

15

Clase tamaño 1	100-300 μm	factor de masa x 0,1
Clase tamaño 2	301-600 μm	factor de masa x 1,0
Clase tamaño 3	601-1000 μm	factor de masa x 5,0
Clase tamaño 4	>1000 μm	factor de masa x 10

Ejemplo:

20

17 defectos	clase tamaño 1	x 0,1 = 1,7
5 defectos	clase tamaño 2	x 1,0 = 5,0
2 defectos	clase tamaño 3	x 5,0 = 10,0
0 defectos	clase tamaño 4	x 10,0 = 0

índice de gel = 16,7

25 Tamaño de partícula/distribución del tamaño de partícula

Se realizó un ensayo de gradación sobre muestras de polímero. El análisis del tamiz implicaba una columna anidada de tamices con un tamiz de malla de alambre con los siguientes tamaños: >20 μm , >32 μm , >63 μm , >100 μm , >125 μm , >160 μm , >200 μm , >250 μm , >315 μm , >400 μm , >500 μm , >710 μm , >1 mm, >1,4 mm, >2 mm, >2,8 mm. Las muestras se vertieron en el tamiz superior, que tenía las aberturas de tamiz más grandes. Cada tamiz inferior en la columna tiene aberturas más pequeñas que el que está por encima (véanse los tamaños indicados anteriormente). En la base está el receptor. La columna se puso en un agitador mecánico. El agitador agitó la columna. Una vez completada la agitación se pesó el material en cada tamiz. El peso de la muestra de cada tamiz después se dividió por el peso total para dar un porcentaje retenido en cada tamiz.

B. Ejemplos

35 Polipropileno lineal (1-PP)

El 1-PP1 es un homopolímero de propileno lineal que tiene una MFR_2 (230 °C) de 0,37 g/10 min, un d_{50} de 1.100 μm , un d_{90} de 1.650 μm , una temperatura de fusión T_m de 164 °C, una resistencia en estado fundido F_{30} de

68 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 146 mm/s.

El 1-PP2 es un homopolímero de propileno lineal que tiene un MFR_2 (230 °C) de 3,48 g/10 min, un d_{50} de 200 μm , un d_{90} de 300 μm , una temperatura de fusión T_m de 160 °C, una resistencia en estado fundido F_{30} de 6,5 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 160 mm/s.

- 5 El 1-PP3 es un homopolímero de propileno lineal que tiene un MFR_2 (230 °C) de 3,39 g/10 min, un d_{50} de 700 μm , un d_{90} de 1.100 μm , una temperatura de fusión T_m de 159 °C, una resistencia en estado fundido F_{30} de 8,2 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 155 mm/s.

Mezcla de aditivos

- 10 Los polipropilenos lineales 1-PP2 se usaron para proporcionar una mezcla de aditivos (AM) que contenía aditivos adicionales como una mezcla madre para incorporar el polímero base del polipropileno ramificado. La mezcla de aditivos contiene un 87,50 % en peso de los polipropilenos lineales 1-PP1, un 10,00 % en peso de Irganox B 225 FF (antioxidante) y un 2,50 % en peso de hidrotalcita.

Ejemplos inventivos IE1 a IE 5 y ejemplo comparativo CE1:

- 15 El 1-PP1 para el ejemplo comparativo CE1, el 1-PP2 para los ejemplos inventivos IE1 a IE4 y el 1-PP3 para el ejemplo inventivo IE5 se sometieron a extrusión reactiva en presencia de butadieno y peróxido como se describe a continuación. Tanto el butadieno como el peróxido (solución al 75 % de carbonato de isopropil-terc-butilperoxilo "Trigonox BPIC-C75" de Akzo Nobel) (las cantidades indicadas en la tabla 3) se premezclaron con 1-PP1 en polvo previamente o con 1-PP2 en polvo a la etapa de mezcla en estado fundido en una mezcladora horizontal con paletas agitadoras a una temperatura de 65 °C, manteniendo un tiempo de residencia promedio de 15 a 20 minutos. La premezcla se transfirió en atmósfera inerte a una extrusora de doble tornillo co-rotatorio del tipo Theyson TSK60 que tenía un diámetro de cilindro de 60 mm y una relación L/D de 48 equipada con un tornillo de mezcla de alta intensidad que tenía 3 zonas de amasado y un montaje de desgasificación en dos etapas. El perfil de temperatura de fusión se da en la tabla 1. La velocidad del tornillo y la capacidad de producción se indican en la tabla 2. En los 3 primeros cuartos de longitud de la extrusora se produce el polipropileno ramificado (b-PP). Posteriormente, a través de una alimentadora lateral, es decir, en el último cuarto de la longitud de la extrusora, se alimenta la mezcla de aditivos a la extrusora al polipropileno ramificado producido (b-PP). La composición de polipropileno extruido se descargó y granuló. A partir de los gránulos se produjeron películas, como se ha descrito anteriormente (índice de gel OCS). Las propiedades finales se indican en la tabla 3.
- 20
- 25

Tabla 1: Ajuste del perfil de temperaturas en la extrusora

Zona		1 a 6	7	8 y 9	10 y 11	12	13	14
Temperatura	[°C]	240	230	220	230	230	220	230

30 Tabla 2: Condiciones del proceso

		IE 1	IE 2	IE 3	IE 4	IE 5	CE 1
Peróxido*	[% en peso]	0,350	0,400	0,475	0,475	0,360	0,475
Butadieno*	[% en peso]	1,0	1,4	1,4	1,3	0,9	0,5
Velocidad del tornillo	[rpm]	400	400	400	400	450	400
Capacidad de producción	[kg/h]	225	225	225	225	225	225
Mezcla de aditivos*	[% en peso]	2	2	2	2	2	2
* basado en la cantidad total de la composición de polipropileno							

Tabla 3: Propiedades de la composición de polipropileno

	MFR_2	F_{30}	v_{30}	Índice de gel OCS
	[g/10 min]	[cN]	[mm/s]	[-]
IE1	8,7	7,0	256	29
IE2	9,1	7,6	259	20
IE3	11,4	8,0	261	48
IE4	10,2	8,3	269	117
IE5	8,9	8,1	239	83
CE1	11,4	5,7	252	1785

REIVINDICACIONES

1. Proceso para proporcionar una composición de polipropileno que comprende al menos un 90 % en peso de un polipropileno ramificado (b-PP) que tiene una estructura principal de polipropileno que cubre las cadenas laterales, el proceso comprende al menos una etapa (a) en la que un polipropileno lineal (1-PP) se hace reaccionar con un agente de formación de radicales libres que se descomponen térmicamente y, opcionalmente, con un monómero o monómeros bifuncionalmente insaturados y/o con un polímero o polímeros de bajo peso molecular multifuncionalmente insaturados, obteniendo de esta manera el polipropileno ramificado (b-PP), y posteriormente a la etapa (a) una etapa adicional (b), en la que al polipropileno ramificado (b-PP) se le añade un polipropileno (PP') que tiene una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de 1 a 18 g/10 min,
- 5 en el que
- (a) el polipropileno lineal (1-PP) tiene una velocidad de flujo del fundido MFR₂ (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de 3,0 a 13,0 g/10 min;
- (b) el polipropileno lineal (1-PP) tiene una distribución de tamaño de partícula d₉₀ de menos de 1.500 µm; y/o
- 15 el polipropileno lineal (1-PP) tiene una distribución de tamaño de partícula d₅₀ de menos de 1.000 µm;
- (c) la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) tiene(n) una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 5,8 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ mayor de 200 mm/s, en la que la resistencia en estado fundido F₃₀ y la extensibilidad en estado fundido v₃₀ se miden de acuerdo con la norma ISO 16790:2005, y
- 20 en el que el polipropileno (PP') comprende al menos un aditivo (A) seleccionado del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antiempañamiento, eliminadores de ácido, agentes de soplado, agentes adherentes, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos.,
2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el polipropileno lineal (1-PP)
- (a) es un homopolímero de propileno;
- 25 y/o
- (b) es un polipropileno lineal (1-PP) que tiene una estructura principal de polipropileno que no cubre las cadenas laterales y que tiene preferentemente una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 1,0 cN, preferiblemente mayor de 1,0 a 65,0 cN, y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ menor de 200 mm/s, preferiblemente menor de 190 mm/s, en el que la resistencia en estado fundido F₃₀ y la extensibilidad en estado fundido v₃₀ se miden de acuerdo con la norma ISO 16790:2005.
- 30 con la norma ISO 16790:2005.
3. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que
- (a) el agente de formador de radicales libres de descomposición térmica es un peróxido y/o
- (b) el monómero bifuncionalmente insaturado se selecciona entre el grupo que consiste en compuestos de divinilo, compuestos de alilo y dienos.
- 35 4. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la etapa (b) se inicia cuando ha tenido lugar al menos un 80 % de la reacción entre el polipropileno (1-PP) y el agente de formación de radicales libres de descomposición térmica y, opcionalmente, el monómero bifuncionalmente insaturado.
5. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1 ó 4, en el que el polipropileno (PP') es un polipropileno lineal (1-PP'), dicho polipropileno lineal (1-PP') preferentemente tiene una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 1,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ menor de 200 mm/s, más preferentemente tiene una resistencia en estado fundido F₃₀ mayor de 1,0 a 65,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v₃₀ menor de 200 mm/s, en el que la resistencia en estado fundido F₃₀ y la extensibilidad en estado fundido v₃₀ se miden de acuerdo con la norma ISO 16790:2005.
- 40 6. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el polipropileno lineal (1-PP) y/o el polipropileno lineal (1-PP') tiene/tienen una relación d₉₀/d₅₀ menor de 1,80.
- 45

- 5 7. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa (a) y la etapa opcional (b) se realizan en una extrusora, dicha extrusora preferentemente comprende, en la dirección de operación, una primera zona de mezcla (MZ1) y una segunda zona de mezcla (MZ2), en el que adicionalmente la etapa (a) tiene lugar en la primera zona de mezcla (MZ2) mientras que la etapa (b) tiene lugar en la segunda zona de mezcla (MZ2),
- 10 en el que, preferentemente, la extrusora comprende, en la dirección de operación, una boca de alimentación (FT), la primera zona de mezcla (MZ1), la segunda zona de mezcla (MZ2) y una boquilla (D), en el que entre la primera zona de mezcla (MZ1) y la segunda zona de mezcla (MZ2) está localizada una boca de alimentación lateral (SFT), en el que adicionalmente el polipropileno lineal (1-PP), el agente de formación de radicales libres de descomposición térmica y, opcionalmente, el monómero bifuncionalmente insaturado se alimentan a través de la boca de alimentación (FT) y el polipropileno (PP') se alimenta a través de la boca de alimentación lateral (SFT).
- 15 8. Proceso de acuerdo con la reivindicación 6 ó 7, en el que,
- (a) la reacción entre el polipropileno lineal (1-PP) y el agente de formación de radicales libres de descomposición térmica y, opcionalmente, el monómero bifuncionalmente insaturado tiene lugar en la primera zona de mezcla (MZ1);
- 15 y/o
- (b) no más del 10 % en peso de la cantidad total del polipropileno ramificado (b-PP) de la composición de polipropileno se produce en la segunda zona de mezcla (MZ2).
- 20 9. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 y 4 a 8, en el que se añaden de 1 a 5 partes en peso del polipropileno (PP') a de 95 a 99 partes en peso del polipropileno ramificado (b-PP), preferentemente en el que se añaden de 1 a 3 partes en peso del polipropileno (PP') a de 97 a 99 partes en peso de polipropileno ramificado (b-PP), más preferentemente en el que se añaden 2 partes en peso del polipropileno (PP') a 98 partes en peso del polipropileno ramificado (b-PP).
- 25 10. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el polipropileno ramificado (b-PP) está libre de aditivos (A).
11. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la composición de polipropileno resultante tiene
- (a) una resistencia en estado fundido F_{30} de 5,8 a 20,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 210 a 300 mm/s;
- (b) un índice de gel menor de 1.500, preferentemente menor de 1.000.
- 30 12. Composición de polipropileno obtenida mediante el procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 11 que comprende
- (a) de 95 a 99 partes en peso de un polipropileno ramificado (b-PP) que tiene una estructura principal de polipropileno que cubre las cadenas laterales; y
- 35 (b) de 1 a 5 partes en peso de un polipropileno (PP') que tiene una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 mayor de 1,0 a 18,0 g/10 min,
- en la que la composición de polipropileno tiene
- una velocidad de flujo del fundido MFR_2 (230 °C) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de 7,0 a 13,0 g/10 min, y
- un índice de gel menor de 1.000, preferentemente menor de 800;
- 40 y en la que la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) tiene/tienen una resistencia en estado fundido F_{30} de 5,8 a 13,0 cN y una extensibilidad en estado fundido v_{30} de 210 a 300 mm/s, en la que la resistencia en estado fundido F_{30} y la extensibilidad en estado fundido v_{30} se miden de acuerdo con la norma ISO 16790:2005, y en la que la composición de polipropileno comprende al menos un aditivo (A) seleccionado entre el grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antiempañamiento, eliminadores de ácido, agentes de soplado, agentes adherentes, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos.
- 45

- 5 13. Proceso de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 11 o composición de polipropileno de acuerdo con la reivindicación 12, en el que la composición de propileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) tiene/tienen un factor de endurecimiento por deformación (SHF) de al menos 1,9, preferentemente en el intervalo de 1,9 a 7,0, más preferentemente en el intervalo de 1,9 a 6,5, medido a una tasa de deformación de $3,0 \text{ s}^{-1}$ y una deformación de Hencky de 2,5, en el que el factor de endurecimiento por deformación se determina de acuerdo con el método descrito en la memoria descriptiva en la página 32, línea 23 a página 34, línea 2.
14. Película que comprende la composición de polipropileno de acuerdo con la reivindicación 12.