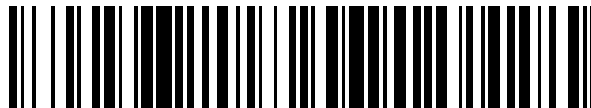


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 635 491**

51 Int. Cl.:

B32B 27/00 (2006.01)

C08J 5/00 (2006.01)

C08L 23/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.09.2013 PCT/US2013/062597**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.04.2014 WO14058639**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.09.2013 E 13779661 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.06.2017 EP 2906423**

54 Título: **Composición sellante**

30 Prioridad:

09.10.2012 US 201261711513 P
17.10.2012 US 201261715105 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
04.10.2017

73 Titular/es:

DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)
2040 Dow Center
Midland, Michigan 48674, US

72 Inventor/es:

KAPUR, MRIDULA;
DEMIRORS, MEHMET;
JAIN, PRADEEP;
GAUBERT, JOSHUA;
GINGER, DOUGLAS S.;
BILGEN, MUSTAFA;
SAINI, GAGAN y
TURNER, MICHAEL D.

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 635 491 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición sellante

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a una composición de poliolefina adecuada para aplicaciones de sellantes, composiciones sellantes, método para producir la misma, y películas y estructuras multicapa hechas a partir de la misma.

Antecedentes de la invención

El uso de composiciones de poliolefina en aplicaciones de sellante es generalmente conocido. Se puede emplear cualquier método convencional para producir tales composiciones de poliolefina.

10 Se han empleado diversas técnicas de polimerización usando diferentes sistemas catalizadores para producir tales composiciones de poliolefina adecuadas para aplicaciones de sellantes.

15 A pesar de los esfuerzos de investigación en el desarrollo de composiciones sellantes, todavía existe la necesidad de una composición sellante que tenga un buen equilibrio de rigidez, tenacidad, propiedades ópticas tales como baja turbidez y propiedades sellantes mejoradas tales como alta resistencia al pegado en caliente, alta resistencia sellante, que esté sustancialmente libre de fugas de sellado, mientras que facilita una fabricación de película mejorada. Además, existe la necesidad de un método para producir dicha composición sellante que tenga rigidez equilibrada, tenacidad, propiedades ópticas tales como baja turbidez y propiedades de sellado mejoradas tales como alta resistencia al pegado en caliente, alta resistencia de sellado y que esté sustancialmente libre de fugas de sellado, mientras que facilite una fabricación de película mejorada.

20 Compendio de la invención

La presente invención proporciona una composición de poliolefina adecuada para aplicaciones de sellante, composiciones sellantes, método para producir la misma, y películas y estructuras multicapa hechas a partir de la misma.

25 En una realización, la presente invención proporciona una composición de poliolefina adecuada para aplicaciones de sellante que comprende: una composición de interpolímero de etileno/ α -olefina que tiene una constante de distribución de comonomeros (CDC) en el intervalo de 40 a 110, insaturación de vinilo de menos de 0,1 vinilos por mil átomos de carbono presentes en el esqueleto de la composición polimérica basada en etileno; una relación de viscosidad de cizalla cero (ZSVR) en el intervalo de 1,01 a 2,0; una densidad en el intervalo de 0,908 a 0,922 g/cm³, un índice de fusión (I_2 a 190°C / 2,16 kg) en el intervalo de 0,5 a 5,0 g/10 minutos, una distribución del peso molecular (definida como el peso molecular medio ponderado dividido por el peso molecular medio numérico (M_w/M_n)) en el intervalo de 2,0 a 4,0 y tan delta a 0,1 radian/segundo, determinado a 190°C, en el intervalo de 5 a 50; en el que la composición de poliolefina comprende de 85 a 100% en peso de la composición de interpolímero de etileno alfa olefina. En otra realización, la presente invención proporciona una composición sellante que comprende: una composición de poliolefina adecuada para aplicaciones de sellante que comprende una composición de interpolímero de etileno/ α -olefina que tiene una constante de distribución de comonomeros (CDC) en el intervalo de 40 a 110, insaturación de vinilo de menos de 0,1 vinilo por mil átomos de carbono presentes en el esqueleto de la composición polimérica basada en etileno; una relación de viscosidad de cizalla cero (ZSVR) en el intervalo de 1,01 a 2,0; una densidad en el intervalo de 0,908 a 0,922 g/cm³, un índice de fusión (I_2 a 190°C / 2,16 kg) en el intervalo de 0,5 a 5,0 g/10 minutos, una distribución del peso molecular (definida como el peso molecular promedio en peso dividido por el número de peso molecular promedio, M_w/M_n) en el intervalo de 2,0 a 4,0 y tan delta a 0,1 radian/segundo, determinado a 190°C, en el intervalo de 5 a 50; en el que la composición de poliolefina comprende de 85 a 100% en peso de la composición de interpolímero de etileno alfa olefina. En otra realización, la presente invención proporciona una película que comprende la composición sellante de la invención, como se ha descrito anteriormente.

45 En otra realización, la presente invención proporciona una estructura multicapa que comprende una o más capas de película que comprenden la composición sellante, como se ha descrito anteriormente.

50 En una realización alternativa, la presente invención proporciona una estructura multicapa, de acuerdo con cualquiera de las realizaciones anteriores, excepto que la estructura multicapa comprende además una o más capas seleccionadas del grupo que consiste en una o más poliamidas, uno o más poliésteres, una o más poliolefinas, y combinaciones de los mismos.

En otra realización, la presente invención proporciona una composición sellante, de acuerdo con cualquiera de las realizaciones precedentes, excepto que la composición sellante comprende además uno o más polímeros de etileno, o uno o más polímeros basados en propileno, o combinaciones de los mismos.

En una realización alternativa, la presente invención proporciona una composición de poliolefina, un método para producir la misma, composición sellante fabricada a partir de la misma, películas y estructura multicapa hechas a partir de ella, de acuerdo con cualquiera de las realizaciones precedentes, excepto que la composición de poliolefina se caracteriza por al menos dos de los siguientes:

- 5 a. que tiene un impacto de dardo B de al menos 500 g, medido de acuerdo con ASTM D1709, cuando dicha composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un espesor de 1 mil (milésima de pulgada);
- b. que tiene un desgarro de Elmendorf normalizado en la dirección de la máquina de al menos 195 g/mil, medido de acuerdo con ASTM D1922, cuando dicha composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un espesor de 1 milésima de pulgada;
- 10 c. que tiene un módulo secante al 2% en la dirección de la máquina de al menos 16.000 psi, medido de acuerdo con ASTM D882, cuando la composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un espesor de 1 milésima de pulgada;
- d. que tiene una turbidez total inferior o igual al 10%, medida de acuerdo con ASTM D1003, cuando dicha composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un espesor de 1 milésima de pulgada.
- 15

En una realización alternativa, la presente invención proporciona una composición de poliolefina, un método para producir la misma, composición sellante fabricada a partir de la misma, películas y estructura multicapa hechas a partir de ella, de acuerdo con cualquiera de las realizaciones precedentes, excepto que la composición sellante tiene una resistencia al pegado en caliente a 130°C superior a 11 N/pulgada, medida de acuerdo con ASTM F1921, cuando dicha composición sellante se forma en una película soplada coextruida de tres capas y laminada a continuación a un sustrato de PET de 0,5 mil.

En una realización alternativa, la presente invención proporciona una composición de poliolefina, un método para producir la misma, composición sellante fabricada a partir de la misma, películas y estructura multicapa hechas a partir de ella, de acuerdo con cualquiera de las realizaciones precedentes, excepto que la composición sellante tiene una resistencia a la luna en el rango de igual o superior a 600 g.

En una realización alternativa, la presente invención proporciona una composición de poliolefina, método para producir la misma, composición sellante fabricada a partir de la misma, películas y estructura multicapa hechas a partir de la misma, de acuerdo con cualquiera de las realizaciones precedentes, excepto que las películas y estructuras multicapa se usan como dispositivos de embalaje.

En una realización alternativa, la presente invención proporciona un dispositivo de empaquetado, de acuerdo con cualquiera de las realizaciones anteriores, excepto que el dispositivo de embalaje comprende la estructura multicapa, como se ha descrito anteriormente.

En una realización alternativa, la presente invención proporciona un dispositivo de envasado, de acuerdo con cualquiera de las realizaciones anteriores, excepto que el dispositivo de envasado se usa para envasado de alimentos.

En una realización alternativa, la presente invención proporciona una composición de poliolefina, un método para producir la misma, composición sellante fabricada a partir de ella, películas y estructura multicapa hechas a partir de ella, de acuerdo con cualquiera de las realizaciones precedentes, excepto que la composición de poliolefina tiene una ZSVR en el rango de 1,12 a 2,0.

En una realización alternativa, la presente invención proporciona una composición de poliolefina, un método para producir la misma, composición sellante fabricada a partir de la misma, películas y estructura multicapa hechas a partir de ella, de acuerdo con cualquiera de las realizaciones precedentes, excepto que la composición de poliolefina tiene una resistencia a la fusión expresada como la fuerza de estado de equilibrio mayor que 2,3 cN a una velocidad de 8 mm/s medida a 190°C.

Breve descripción de los dibujos

Con el fin de ilustrar la invención, se muestra en los dibujos una forma que es ejemplarizante; entendiéndose, sin embargo, que esta invención no se limita a los arreglos e instrumentos precisos mostrados.

Figura 1 ilustra una estructura de película laminada coextruida de tres capas ejemplarizante;

Figura 2 ilustra una bolsa ejemplarizante hecha de la estructura de película laminada coextruida de tres capas de la Figura 1;

Figura 3 ilustra un proceso de empaquetamiento de sello de relleno de forma vertical (VFFS) ejemplarizante que incluye las etapas siguientes: (a) formación de sello inferior horizontal y sello vertical de aleta; (B) paso de llenado de la bolsa y (c) formación del sello superior

5 Figura 4 ilustra una formación ejemplarizante de "luna" de defecto en una bolsa de sellado de relleno de forma vertical;

Figura 5 es una ilustración gráfica del cálculo de la constante de distribución de comonomeros (CDC) que calcula la media de la temperatura de pico y la temperatura media del fraccionamiento de elución de cristalización (CEF), mostrando el perfil de distribución del comonomero de una composición de interpolímero de etileno/ α -olefina;

10 Figura 6 muestra los límites de la integración de la región espectral de ^1H RMN para la determinación de la insaturación, donde la línea de trazos significa que la posición puede ser ligeramente diferente dependiendo de la muestra/catalizador;

Figura 7 ilustra las secuencias de impulsos modificadas para la insaturación con el espectrómetro Bruker AVANCE 400 MHz; y

15 Figura 8 es una ilustración gráfica de la superposición CEF de composiciones poliolefínicas de la invención y comparativas.

Figura 9 es una ilustración gráfica de la superposición de resistencia a la fusión de composiciones poliolefínicas de la invención y comparativas.

Descripción detallada de la invención

20 La presente invención proporciona una composición de poliolefina adecuada para aplicaciones de sellante, composiciones sellantes, método para producir la misma, y películas y estructuras multicapa hechas a partir de la misma.

25 En una realización, la presente invención proporciona una composición de poliolefina adecuada para aplicaciones de sellante que comprende: una composición de interpolímero de etileno/ α -olefina que tiene una constante de distribución de comonomeros (CDC) en el intervalo de 40 a 110, insaturación de vinilo de menos de 0,1 vinilos por mil átomos de carbono presentes en el esqueleto de la composición polimérica basada en etileno; una relación de viscosidad de cizalla cero (ZSVR) en el intervalo de 1,01 a 2,0; una densidad en el intervalo de 0,908 a 0,922 g/cm³, un índice de fusión (I_2 a 190°C / 2, 16 kg) en el intervalo de 0,5 a 5,0 g/10 minutos, una distribución del peso molecular (definida como el peso molecular promedio en peso dividido por el peso molecular promedio en número, M_w/M_n) en el intervalo de 2,0 a 4,0 y tan delta a 0,1 radian/segundo, determinado a 190°C, en el intervalo de 5 a 50.

30 En otra realización, la presente invención proporciona una composición sellante que comprende: una composición de poliolefina adecuada para aplicaciones de sellante que comprende una composición de interpolímero de etileno/ α -olefina que tiene una constante de distribución de comonomeros (CDC) en el intervalo de 40 a 110, insaturación de vinilo de menos de 0,1 vinilo por mil átomos de carbono presentes en el esqueleto de la composición polimérica basada en etileno; una relación de viscosidad de cizalla cero (ZSVR) en el intervalo de 1,01 a 2,0; una densidad en el intervalo de 0,908 a 0,922 g/cm³, un índice de fusión (I_2 a 190°C/2,16 kg) en el intervalo de 0,5 a 5,0 g/10 minutos, una distribución del peso molecular (definida como el peso molecular medio ponderado dividido por el peso molecular promedio en número, M_w/M_n) en el intervalo de 2,0 a 4,0 y tan delta a 0,1 radian/segundo, determinado a 190°C, en el intervalo de 5 a 50.

40 La composición de poliolefina puede comprender además componentes adicionales tales como uno o más de otros polímeros. Por ejemplo, la composición de poliolefina puede comprender además uno o más polímeros de etileno, o uno o más polímeros basados en propileno, o combinaciones de los mismos.

En una realización, la composición de poliolefina puede comprender además una composición de interpolímero de propileno/ α -olefina.

45 En una realización, una o más composiciones de interpolímero de etileno α -olefina y una o más composiciones de interpolímero de propileno/ α -olefina, como se describe aquí, se pueden mezclar por cualquier método conocido por un experto en la técnica incluyendo, pero no limitado a, mezcla en seco, y mezcla en estado fundido a través de cualquier equipo adecuado, por ejemplo, un extrusor, para producir la composición sellante de la invención.

50 En una realización, la composición de poliolefina puede comprender de 85 a 100 por ciento en peso de la composición de interpolímero de etileno/ α -olefina, por ejemplo de 85 a 97,5 por ciento en peso de la composición de interpolímero de etileno/ α -olefina, basado en el peso de la composición de poliolefina. En una realización, la composición de poliolefina puede comprender de 0 a 15 por ciento en peso de una o más composiciones de interpolímero de propileno/ α -olefina, por ejemplo de 2,5 a 15 por ciento en peso de una o más composiciones de interpolímero de propileno/ α -olefina, sobre el peso de la composición de poliolefina.

La composición de poliolefina puede comprender además componentes adicionales tales como uno o más aditivos. Tales aditivos incluyen, pero no se limitan a, agentes antiestáticos, potenciadores del color, colorantes, lubricantes, cargas tales como TiO_2 o CaCO_3 , Agentes de opacidad, nucleantes, ayudas de procesamiento, pigmentos, antioxidantes primarios, antioxidantes secundarios, ayudas de procesamiento, estabilizantes de uv, antibloqueantes, agentes antiadherentes, agentes de pegajosidad, retardantes del fuego, agentes antimicrobianos, agentes reductores de olores, agentes anti-hongos, , y combinaciones de los mismos. La composición polimérica basada en etileno puede contener de 0,01 a 10 por ciento en peso combinado de tales aditivos, basado en el peso de la composición polimérica basada en etileno incluyendo dichos aditivos.

Composición de interpolímero de etileno/ α -olefina

10 La composición de interpolímero de etileno/ α -olefina comprende (a) menor o igual a 100 por ciento, por ejemplo, al menos 70 por ciento, o al menos 80 por ciento, o al menos 90 por ciento, de las unidades derivadas de etileno; y (b) menos del 30 por ciento, por ejemplo, menos del 25 por ciento, o menos del 20 por ciento, o menos del 10 por ciento, en peso de unidades derivadas de uno o más comonómeros de α -olefina. La expresión composición de interpolímero de etileno/ α -olefina se refiere a un polímero que contiene más de 50 por ciento en moles de monómero de etileno polimerizado (basado en la cantidad total de monómeros polimerizables) y, opcionalmente, puede contener al menos un comonómero.

Los comonómeros de α -olefina típicamente no tienen más de 20 átomos de carbono. Por ejemplo, los comonómeros de α -olefina pueden tener preferiblemente de 3 a 10 átomos de carbono, y más preferiblemente de 3 a 8 átomos de carbono. Ejemplos de comonómeros de α -olefina incluyen, pero no se limitan a, propileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno, 1-octeno, 1-noneno, 1-deceno y 4-metil-1-penteno. Los uno o más comonómeros de α -olefina se pueden seleccionar, por ejemplo, del grupo que consiste en propileno, 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno; o en alternativa, del grupo constituido por 1-hexeno y 1-octeno.

La composición de interpolímero de etileno α -olefina se caracteriza por tener una constante de distribución de comonómero en el intervalo de 40 a 110.

25 La composición polimérica basada en etileno se caracteriza por tener una relación de viscosidad de cizalla cero (ZSVR) en el intervalo de 1,01 a 2,0, por ejemplo, de 1,12 a 2,0.

La composición polimérica basada en etileno se caracteriza por tener un tan delta de 0,1 radian/segundo, determinado a 190°C, en el intervalo de 5 a 50, por ejemplo de 5 a 45, o de 5 a 40.

30 La composición de interpolímero de etileno/ α -olefina tiene una densidad en el intervalo de 0,908 a 0,922 g/cm^3 , por ejemplo de 0,908 a 0,920 g/cm^3 . Por ejemplo, la densidad puede ser desde un límite inferior de 0,908, 0,909 o 0,910 g/cm^3 hasta un límite superior de 0,918, 0,919, 0,920 o 0,922 g/cm^3 .

La composición de interpolímero de etileno/ α -olefina tiene una distribución de pesos moleculares (M_w/M_n) en el intervalo de 2,0 a 4,0. Por ejemplo, la distribución del peso molecular (M_w/M_n) puede ser desde un límite inferior de 2,0, 2,1 o 2,2 hasta un límite superior de 3,8, 3,9 o 4,0.

35 La composición de interpolímero de etileno/ α -olefina tiene un índice de fusión (I_2 a 190°C / 2,16 kg) en el intervalo de 0,5 a 5,0 g/10 minutos, por ejemplo de 0,5 a 4,5 g/10 minutos, o de 0,5 a 4,0 g/10 minutos, o de 0,5 a 3,5 g/10 minutos, o de 0,5 a 3,0 g/10 minutos, o de 0,5 a 2,5 g/10 minutos, o de 0,5 a 2,0 g/10 minutos, o de 0,5 a 1,8 g/10 minutos, o de 0,6 a 1,6 g/10 minutos. Por ejemplo, el índice de fusión (I_2 a 190°C / 2,16 kg) puede ser desde un límite inferior de 0,5, 0,6 o 0,7 g/10 minutos hasta un límite superior de 1,6, 1,7, 1,8, 1,9, 2,0, 2,5, 3,0, 3,5, 4,0, 4,5, o 5,0 g/10 minutos.

La composición de interpolímero de etileno/ α -olefina tiene insaturación vinílica de menos de 0,1 vinilo por mil átomos de carbono presentes en la cadena principal de la composición polimérica basada en etileno.

La composición de poliolefina tiene una resistencia a la fusión expresada como la fuerza de estado estacionario mayor que 2,3 cN a una velocidad de 8 mm/s medida a 190°C.

45 La composición de interpolímero de etileno/ α -olefina puede comprender además componentes adicionales tales como uno o más aditivos. Tales aditivos incluyen, pero no se limitan a, agentes antiestáticos, potenciadores del color, colorantes, lubricantes, cargas tales como TiO_2 o CaCO_3 , agentes de opacidad, nucleantes, ayudas de procesamiento, pigmentos, antioxidantes primarios, antioxidantes secundarios, ayudas de procesamiento, estabilizantes de UV, antibloqueantes, agentes antiadherentes, agentes de pegajosidad, retardantes de fuego, agentes antimicrobianos, agentes reductores de olores, agentes anti-hongos, y combinaciones de los mismos. La composición polimérica basada en etileno puede contener de 0,1 a 10 por ciento en peso combinado de tales aditivos, basado en el peso de la composición polimérica basada en etileno que incluye dichos aditivos.

55 En una realización, la composición de interpolímero de etileno/ α -olefina tiene un perfil de distribución de comonómero que comprende una distribución monomodal o una distribución bimodal en el intervalo de temperatura de 35°C a 120°C, excluyendo la purga.

Se pueden emplear cualquier procedimiento de polimerización convencional para producir la composición de interpolímero de etileno/ α -olefina. Dichos procedimientos de polimerización convencionales incluyen, pero no se limitan a, proceso de polimerización en solución, usando uno o más reactores convencionales, por ejemplo reactores de bucle, reactores isotérmicos, reactores de tanque agitado, reactores discontinuos en paralelo, serie, y/o cualquier combinación de los mismos.

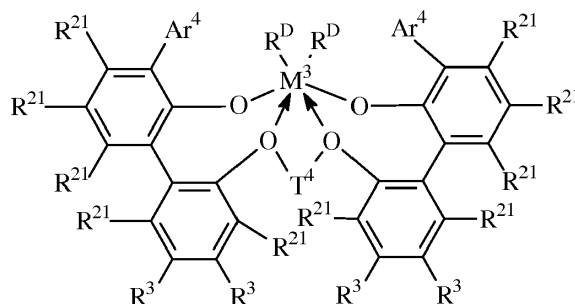
La composición de interpolímero de etileno/ α -olefina puede producirse, por ejemplo, mediante un proceso de polimerización en fase de disolución utilizando uno o más reactores de bucle, reactores isotérmicos y combinaciones de los mismos.

En general, el proceso de polimerización en fase de solución tiene lugar en uno o más reactores bien agitados tales como uno o más reactores de bucle o uno o más reactores isotérmicos esféricos a una temperatura en el intervalo de 115 a 250°C; por ejemplo, de 115 a 200°C, y a presiones en el intervalo de 300 a 1000 psi; por ejemplo, de 400 a 750 psi. En una realización en un reactor dual, la temperatura en el primer reactor está en el intervalo de 115 a 190°C, por ejemplo, de 115 a 150°C, y la temperatura del segundo reactor está en el intervalo de 150 a 200°C, por ejemplo, de 170 a 195°C. En otra realización en un solo reactor, la temperatura en el reactor está en el intervalo de 115 a 190°C, por ejemplo, de 115 a 150°C. El tiempo de residencia en el proceso de polimerización en fase de disolución está típicamente en el intervalo de 2 a 30 minutos; por ejemplo, de 10 a 20 minutos. Etileno, disolvente, uno o más sistemas catalizadores, opcionalmente uno o más cocatalizadores, y opcionalmente uno o más comonómeros se alimentan continuamente a uno o más reactores. Ejemplos de disolventes incluyen, pero no se limitan a isoparafinas. Por ejemplo, tales disolventes están comercialmente disponibles bajo el nombre ISOPAR E de ExxonMobil Chemical Co., Houston, Texas. La mezcla resultante del interpolímero de etileno/alfa-olefina y el disolvente se separa luego del reactor y el interpolímero de etileno/alfa-olefina se aísla. El disolvente se recupera típicamente a través de una unidad de recuperación de disolvente, es decir, intercambiadores de calor y tambor de separación de vapor de líquido, y se vuelve a reciclar al sistema de polimerización.

En una realización, la composición de interpolímero de etileno/ α -olefina puede producirse mediante polimerización en solución en un sistema de doble reactor, por ejemplo un sistema de reactor de doble bucle, en el que el etileno y opcionalmente una o más α -olefinas se polimerizan en presencia de uno o más sistemas catalizadores. Adicionalmente, pueden estar presentes uno o más cocatalizadores.

En otra realización, los interpolímeros de etileno/alfa-olefina pueden producirse mediante polimerización en solución en un sistema de reactor único, por ejemplo un sistema de reactor de bucle único, en el que el etileno y opcionalmente una o más α -olefinas se polimerizan en presencia de uno o más sistemas de catalizadores.

Un sistema catalizador ejemplarizante comprende un complejo metálico de un ariloxiéter polivalente en el sistema de reactor de bucle único, en el que dicho complejo metálico de un ariloxiéter polivalente corresponde a la fórmula:



donde M^3 es Ti, Hf o Zr, preferiblemente Zr;

Ar^4 es independientemente en cada caso un arilo C_{9-20} , donde los sustituyentes, independientemente en cada caso, se seleccionan del grupo que consiste en grupos alquilo; cicloalquilo; y arilo; y derivados sustituidos con halo-, trihidrocarbilsililo y halohidrocarbilo de los mismos, con la condición de que al menos un sustituyente carezca de coplanaridad con el grupo arilo al que está unido;

T^4 es independientemente en cada caso un grupo alquileno, cicloalquileno o cicloalquenileno C_{2-20} , o un derivado inerte sustituido de los mismos;

R^{21} es independientemente en cada aparición hidrógeno, halo, hidrocarbilo, trihidrocarbilsililo, trihidrocarbilsililhidrocarbilo, alcoxi o grupo di (hidrocarbilo) amino de hasta 50 átomos sin contar el hidrógeno;

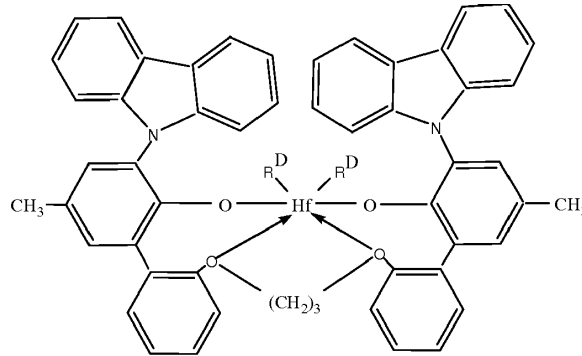
R^3 es independientemente en cada caso hidrógeno, halo, hidrocarbilo, trihidrocarbilsililo, trihidrocarbilsililhidrocarbilo, alcoxi o amino de hasta 50 átomos sin contar el hidrógeno, o dos grupos R^3 en el mismo anillo de arileno juntos o un grupo R^3 y un grupo R^{21} en el mismo o diferente anillo de arileno

forman juntos un grupo ligando divalente unido al grupo arileno en dos posiciones o unen juntos dos anillos de arileno diferentes; y

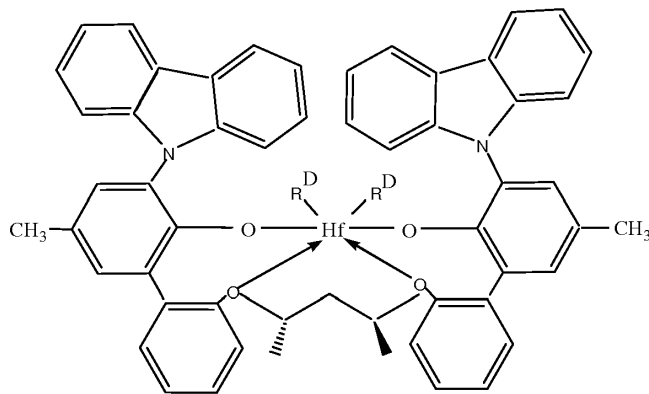
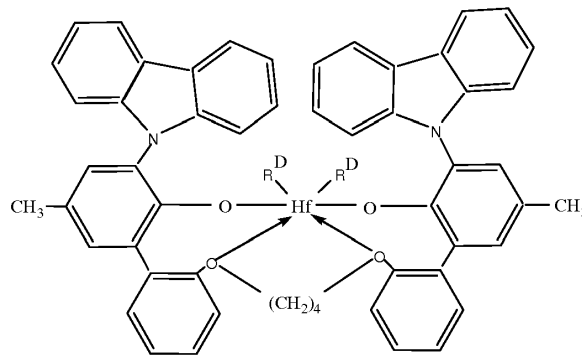
R^D es independientemente en cada ocurrencia halo o un grupo hidrocarbilo o trihidrocarbilsililo de hasta 20 átomos sin contar hidrógeno o dos grupos R^D juntos son un grupo hidrocarbilenlo, hidrocarbadiilo, dieno o poli(hidrocarbilsilileno). Adicionalmente, pueden estar presentes uno o más cocatalizadores.

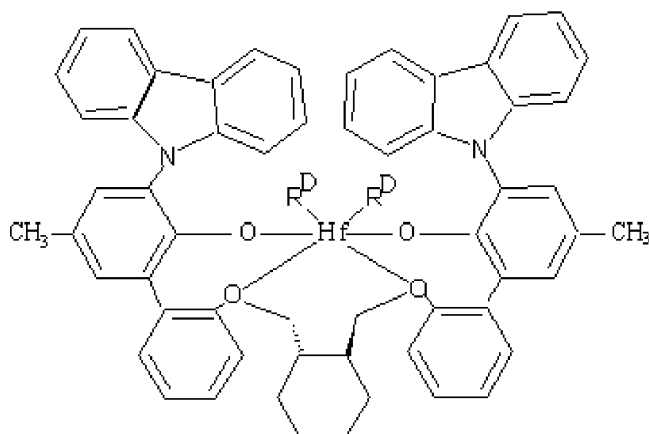
5

Otro sistema de catalizador ejemplarizante comprende un complejo metálico que contiene un grupo ligando de heteroátomo polivalente, especialmente complejos basados en piridilamina o imidazolilamina polivalentes y complejos metálicos del grupo 4 basados en bifenilfenol ligados a oxígeno tetradendato. Los complejos metálicos adecuados para uso de acuerdo con la presente invención incluyen compuestos que corresponden a la fórmula:



10

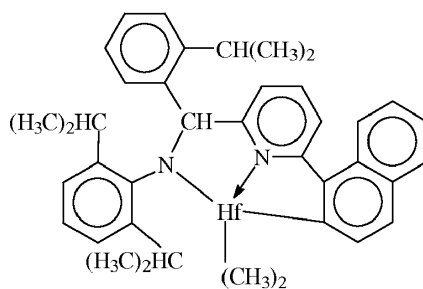




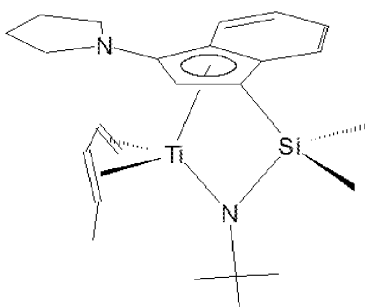
en donde R^D independientemente en cada caso es cloro, metilo o bencilo.

- 5 Ejemplos específicos de complejos metálicos adecuados son los siguientes compuestos: bis((2-oxo-3-(dibenzo-1H-pirrol-1-il)-5-(metil)fenil)-2-fenoxi)-1,3-propanodiilohafnio (IV) dimetilo y bis((2-oxo-3-(dibenzo-1H-pirrol-1-il)-5-(metil)fenil)-2-fenoximetil)-metileno-trans-1,2-ciclohexanodiilhafnio (IV) dimetilo.

Otro sistema catalizador ejemplarizante comprende un sistema catalizador de 2-[N-(2,6-diisopropilfenilamido)-o-isopropilfenilmetil]-6-(2-eta-1-naftil)-piridil hafnio(IV) dimetilo, descrito adicionalmente en el documento de patente de los Estados Unidos U.S. Patent No. 6,953,764, y que tiene una estructura de acuerdo con la siguiente fórmula:



- 10 Otro sistema de catalizador ejemplarizante comprende un catalizador de geometría constreñida representado por la siguiente fórmula:



En una realización, el catalizador de geometría restringida es (N-(1,1-dimetiletil)-1,1-dimetil-1-((1,2,3,3a,7a-h)-3-(1-pirrolidinil)1H-inden-1-il) silanaminato(2-)-N)((2,3,4,5-h)-2,4-pentadieno)titanio, representado por la fórmula anterior.

- 15 Otro sistema catalizador ejemplarizante puede comprender un sistema catalizador de Ziegler-Natta.

Composiciones interpolímeras de propileno/ α -olefina

La composición de interpolímero de propileno/ α -olefina comprende un copolímero de propileno/alfa-olefina y/o un terpolímero de propileno/etileno/buteno y, opcionalmente, puede comprender además uno o más polímeros, por ejemplo, un polipropileno copolímero aleatorio (RCP, ramificado heterogéneamente).

- 20 La composición de poliolefina puede comprender de 0 a 15 por ciento en peso de una o más composiciones de interpolímero de propileno/ α -olefina, por ejemplo de 2,5 a 15 por ciento en peso de una o más composiciones interpolímeras de propileno/ α -olefina, basadas en el peso de la composición de poliolefina.

En una realización particular, el copolímero de propileno/alfa-olefina se caracteriza por tener secuencias de propileno sustancialmente isotácticas. "Secuencias de propileno sustancialmente isotácticas" significa que las secuencias tienen una tríada isotáctica (mm) medida por ^{13}C RMN mayor que aproximadamente 0,85; en la alternativa, mayor que aproximadamente 0,90; en otra alternativa, mayor que aproximadamente 0,92; y en otra alternativa, mayor que aproximadamente 0,93. Las tríadas isotácticas son bien conocidas en la técnica y se describen en, por ejemplo, el documento de patente de los Estados Unidos No. 5.504.172 y documento de patente internacional No. WO 00/01745, que se refiere a la secuencia isotáctica en términos de una unidad de tríada en la cadena molecular de copolímero determinada por el espectro de RMN- ^{13}C .

El copolímero de propileno/ α -olefina puede tener un caudal de fusión en el intervalo de 0,1 a 30 g/10 minutos, medido de acuerdo con ASTM D1238 (a 230°C / 2,16 kg). Todos los valores y sub-intervalos individuales de 0,1 a 30 g/10 minutos se incluyen aquí y se describen en la presente memoria; por ejemplo, el caudal de la masa fundida puede ser desde un límite inferior de 0,1 g/10 minutos, 0,2 g/10 minutos, 0,5 g/10 minutos, o 1 g/10 minutos hasta un límite superior de 30 g/10 minutos, o 25 g/10 minutos, o 20 g/10 minutos, o 15 g/10 minutos, o 10 g/10 minutos. Por ejemplo, el copolímero de propileno/alfa-olefina puede tener un índice de flujo de fusión en el intervalo de 0,1 a 25 g/10 minutos; o en la alternativa, el copolímero de propileno/alfa-olefina puede tener un índice de flujo de fusión en el intervalo de 1 a 20 g/10 minutos; o en alternativa, el copolímero de propileno/ α -olefina puede tener un caudal de fusión en el intervalo de 1 a 10 g/10 minutos; o en la alternativa, el copolímero de propileno/alfa-olefina puede tener un índice de flujo en estado fundido en el intervalo de 1 a 5 g/10 minutos; o en la alternativa, el copolímero de propileno/alfa-olefina puede tener un índice de flujo de fusión en el intervalo de 1 a 3 g/10 minutos.

El copolímero de propileno/alfa-olefina tiene una cristalinidad en el intervalo de al menos 1 por ciento en peso (un calor de fusión de al menos 2 julios/gramo) a 45 por ciento en peso (un calor de fusión de menos de 75 julios/gramo). Todos los valores y sub-intervalos individuales desde 1 por ciento en peso (un calor de fusión de al menos 2 julios/gramo) a 45 por ciento en peso (un calor de fusión de menos de 75 julios/gramo) se incluyen en este documento y se describen en la presente memoria; Por ejemplo, la cristalinidad puede ser desde un límite inferior de 1 por ciento en peso (un calor de fusión de al menos 2 julios/g), 2,5 por ciento (un calor de fusión de al menos 4 julios/g) o 3 por ciento (un calor de fusión de al menos 5 julios/g), o un 10 por ciento (un calor de fusión de al menos 16,5 julios/g) o un 15 por ciento (un calor de fusión de al menos 24,8 julios/g) hasta un límite superior de 45% en peso (un calor de fusión de menos de 75 julios/g), 35 por ciento en peso (un calor de fusión de menos de 57,8 julios/g), o 30 por ciento en peso (un calor de fusión de menos de 50 julios/g). Por ejemplo, el copolímero de propileno/alfa-olefina puede tener una cristalinidad en el intervalo de al menos 10 por ciento en peso (un calor de fusión de al menos 16,5 julios/g) a 45 por ciento en peso (un calor de fusión de menos de 75 julios/g); o en alternativa, el copolímero de propileno/alfa-olefina puede tener una cristalinidad en el intervalo de al menos 15 por ciento en peso (un calor de fusión de al menos 24,8 julios/g) a 35 por ciento en peso (un calor de fusión de menos de 57,8 julios/g). La cristalinidad se mide a través del método DSC, usando el 2ºCiclo de calor. El copolímero de propileno/alfa-olefina comprende unidades derivadas de propileno y unidades poliméricas derivadas de uno o más comonómeros de alfa-olefina. Los comonómeros ilustrativos utilizados para fabricar el copolímero de propileno/alfa-olefina son alfa-olefinas C_2 , y C_4 a C_{10} ; por ejemplo, alfa-olefinas C_2 , C_4 , C_6 y C_8 .

El copolímero de propileno/alfa-olefina comprende de 1 a 40 por ciento en peso de uno o más comonómeros de alfa-olefina. Todos los valores y sub gamas individuales de 1 a 40 por ciento en peso se incluyen en este documento y se describen en la presente memoria; por ejemplo, el contenido de comonómero puede ser desde un límite inferior de 1 por ciento en peso, 3 por ciento en peso, 4 por ciento en peso, 5 por ciento en peso, 7 por ciento en peso, o 9 por ciento en peso hasta un límite superior de 40 por ciento en peso, 35 por ciento en peso, 30 por ciento en peso, 27 por ciento en peso, 20 por ciento en peso, 15 por ciento en peso, 12 por ciento en peso, o 9 por ciento en peso. Por ejemplo, el copolímero de propileno/alfa-olefina comprende de 1 a 35 por ciento en peso de uno o más comonómeros de alfa-olefina; o en la alternativa, el copolímero de propileno/alfa-olefina comprende de 1 a 30 por ciento en peso de uno o más comonómeros de alfa-olefina; o en forma alternativa, el copolímero de propileno/alfa-olefina comprende de 3 a 27 por ciento en peso de uno o más comonómeros de alfa-olefina; o en forma alternativa, el copolímero de propileno/alfa-olefina comprende de 3 a 20 por ciento en peso de uno o más comonómeros de alfa-olefina; o en forma alternativa, el copolímero de propileno/alfa-olefina comprende de 3 a 15 por ciento en peso de uno o más comonómeros de alfa-olefina; o en la alternativa, el copolímero de propileno/alfa-olefina comprende de 3 a 9 por ciento en peso de uno o más comonómeros de alfa-olefina.

El copolímero de propileno/alfa-olefina tiene una distribución de pesos moleculares (MWD), definida como el peso molecular medio ponderado dividido por el número de peso molecular promedio en número (M_w/M_n) de 3,5 o menos; en la alternativa 3,0 o menos; o en otra alternativa de 1,8 a 3,0.

Dichos copolímeros de propileno/alfa-olefina se describen adicionalmente en detalle en los documentos de patente de los Estados Unidos Nos. 6.960.635 y 6.525.157. Tales copolímeros de propileno/alfa-olefina están disponibles comercialmente de The Dow Chemical Company, bajo el nombre comercial VERSIFY™, o de ExxonMobil Chemical Company, bajo el nombre comercial VISTAMAXX™.

En una realización, los copolímeros de propileno/alfa-olefina se caracterizan además como comprendiendo (A) entre 60 y menos de 100, preferiblemente entre 80 y 99 y más preferiblemente entre 85 y 99, en porcentaje en peso de unidades derivadas de propileno y (B) entre más de cero y 40, preferiblemente entre 1 y 20, más preferiblemente

entre 4 y 16 e incluso más preferiblemente entre 4 y 15, en porcentaje en peso de unidades derivadas de al menos una de etileno y/o una alfa-olefina-C₄₋₁₀; y que contiene un promedio de al menos 0,001, preferiblemente un promedio de al menos 0,005 y más preferiblemente un promedio de al menos 0,01 ramas de cadena larga/1000 átomos de carbono totales. El número máximo de ramificaciones de cadena larga en el copolímero de propileno/alfa-olefina no es crítico, pero típicamente no excede de 3 ramas de cadena larga/1000 átomos de carbono totales. El término rama de cadena larga, tal como se usa en el presente documento con respecto a copolímeros de propileno/alfa-olefina, se refiere a una longitud de cadena de al menos un carbono más que una rama de cadena corta y rama de cadena corta, tal como se utiliza en este documento con respecto a copolímeros de propileno/alfa-olefina, se refiere a una longitud de cadena de dos (2) carbonos menos que el número de carbonos en el comonomero. Por ejemplo, un interpolímero de propileno/1-octeno tiene espinas dorsales con ramas de cadena larga con al menos siete (7) carbonos de longitud, pero estas espinas dorsales tienen también ramificaciones de cadena corta de sólo seis (6) carbonos de longitud. Tales copolímeros de propileno/alfa-olefina se describen adicionalmente en detalle en el documento de patente de los Estados Unidos No. 2010-0285253 y documento de patente internacional No. WO 2009/067337.

La composición de interpolímero de propileno/alfa-olefina puede comprender además uno o más aditivos. Tales aditivos incluyen, pero no se limitan a, agentes antiestáticos, potenciadores de color, colorantes, lubricantes, cargas, pigmentos, antioxidantes primarios, antioxidantes secundarios, coadyuvantes de procesamiento, estabilizadores de UV y combinaciones de los mismos. La composición de interpolímero de propileno/alfa-olefina puede contener cualquier cantidad de aditivos. La composición de propileno/alfa-olefina puede comprometer de 0 a 20 por ciento por el peso combinado de tales aditivos, basado en el peso de la composición de interpolímero de propileno/alfa-olefina y uno o más aditivos.

Interpolímero de etileno- α -olefina adicional

En una realización, la composición sellante puede comprender además un componente interpolímero de etileno- α -olefina adicional. En una realización, una o más composiciones de interpolímero de etileno/ α -olefina son una o más composiciones de polietileno de muy baja densidad (VLDPE), como se describe en el presente documento, que pueden mezclarse mediante cualquier método conocido por un experto en la técnica incluyendo, pero sin limitarse a, mezcla en seco, y mezcla en fusión a través de cualquier equipo adecuado, por ejemplo, un extrusor, para producir la composición sellante de la invención. El VLDPE se caracteriza como un interpolímero de etileno- α -olefina lineal, heterogéneamente ramificado y de densidad muy baja con una densidad de menos de 0,912 g/cm³, por ejemplo de 0,890 a 0,904 g/cm³ en la forma alternativa de 0,890 a 0,900 g/cm³; 0,896 a 0,900 g/cm³, y un índice de fusión (I₂a 190°C / 2,16 kg) en el intervalo de 0,25 a 10 g/10 minutos, por ejemplo, de 0,25 a 8 g/10 minutos; y una distribución del peso molecular (Mw/Mn) en el intervalo de 2,5 a 4,0. Dicho VLDPE puede producirse mediante sistemas catalizadores heterogéneos de Ziegler-Natta. Se puede añadir VLDPE a la composición de poliolefina como una mezcla de reactor o mezcla física.

Proceso para producir la composición de poliolefina

Una o más composiciones de interpolímeros de etileno/ α -olefina, opcionalmente una o más composiciones de interpolímero de propileno/alfa-olefina, opcionalmente una o más composiciones interpolímeras de etileno- α -olefina adicionales, como se describe en este documento, se pueden mezclar por cualquier método conocido por una persona de habilidad ordinaria en la técnica incluyendo, pero sin limitarse a, la mezcla en seco y la mezcla en fusión a través de cualquier equipo adecuado, por ejemplo, un extrusor, para producir la composición de poliolefina de la invención.

Aplicaciones finales de la composición del sellante

Las composiciones de poliolefina de acuerdo con la presente invención pueden utilizarse en cualquier aplicación de sellado, por ejemplo, aplicaciones de envasado de alimentos tales como queso en rodajas, aperitivos y envasado de alimentos congelados.

Las composiciones sellantes de acuerdo con la presente invención pueden formarse en una película, una lámina o una estructura multicapa. Dichas estructuras multicapa comprenden típicamente una o más capas o láminas de película que comprenden las composiciones sellantes de la invención. La estructura multicapa puede comprender además una o más capas que comprenden una o más poliamidas, uno o más poliésteres, una o más poliolefinas, y combinaciones de las mismas.

Las composiciones de poliolefina de acuerdo con la presente invención se caracterizan por dos o más de los siguientes: (a) que tienen un impacto de dardo B de al menos 500 g, medido de acuerdo con ASTM D1709, cuando la composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un grosor de 1 milésima; (b) que tiene un desgarre de Elmendorf normalizado en la dirección de la máquina de al menos 195 g/milésima, medida de acuerdo con ASTM D1922, cuando la composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un espesor de 1 milésima de pulgada; (c) que tiene un módulo secante al 2% en la dirección de la máquina de al menos 16.000 psi, medido según ASTM D882, cuando la composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un espesor de 1 milésima de pulgada; (d) que tiene una turbidez total inferior o igual al

10%, medida de acuerdo con ASTM D1003, cuando la composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un espesor de 1 milésima de pulgada.

La composición sellante de acuerdo con la presente invención tiene una resistencia al pegado en caliente a 130°C superior a 11 N/pulgada, por ejemplo en el intervalo de 19 a 30 N/pulgada medida de acuerdo con ASTM F1921, cuando la composición sellante se forma en una película soplada coextrusionada de tres capas y laminada a continuación a un sustrato de PET de 0,5 milésimas.

La composición sellante de acuerdo con la presente invención tiene una resistencia a la luna igual o superior a 600 g, por ejemplo de 900 a 1100 g.

Ejemplos

10 Los siguientes ejemplos ilustran la presente invención pero no pretenden limitar el alcance de la invención. Las composiciones sellantes de la presente invención han demostrado tener un buen equilibrio de rigidez, tenacidad, propiedades ópticas tales como baja neblina y propiedades de sellado mejoradas, tales como alta resistencia al pegado en caliente, alta resistencia del sellado y estar sustancialmente libres de fugas de sellado, al tiempo que facilitan una mejor fabricación de películas.

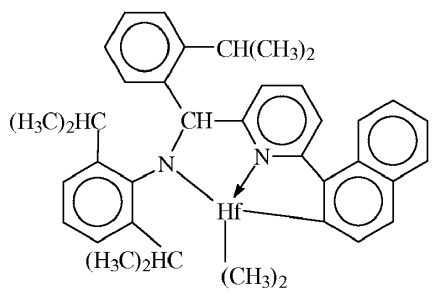
15 Composición 1 de poliolefina de la invención

La composición poliolefínica de la invención 1 (IPC1) comprende un interpolímero de etileno-octeno que tiene una densidad de aproximadamente 0,913 g/cm³, un índice de fusión (I₂), medido a 190°C y 2,16 kg, de aproximadamente 0,81 g/10 minutos, una relación de fluidez en estado fundido (I₁₀/I₂) de aproximadamente 6,7. Se midieron propiedades adicionales de IPC1, y se presentan en la Tabla 1A.

20 IPC1 se preparó mediante polimerización en solución en un sistema de reactor de bucle doble en presencia de un sistema de catalizador basado en hafnio en el primer reactor y un sistema de catalizador de geometría constreñida en el segundo reactor;

En el que el catalizador basado en hafnio comprende un sistema catalizador 2-[N-(2,6-diisopropilfenilamido)-o-isopropilfenilmetil]-6-(2η¹-naftil)-piridil hafnio (IV) dimetilo, descrito adicionalmente en el documento de patente de los Estados Unidos No. 6.953.764, y que tiene una estructura de acuerdo con la siguiente fórmula:

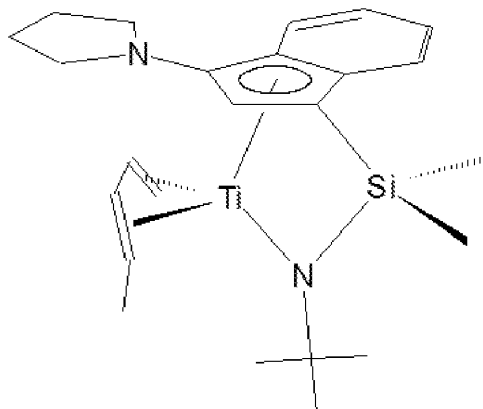
25



y

en el que el catalizador de geometría constreñida comprende (N-(1,1-dimetiletil)-1,1-dimetil-1-((1,2,3,3a,7a-h)-3-(1-pirrolidinil)-1H-inden-1-il) silanaminato(2--N)((2,3,4,5-h)-2,4-pentadieno)titanio; representado por la siguiente fórmula:

30

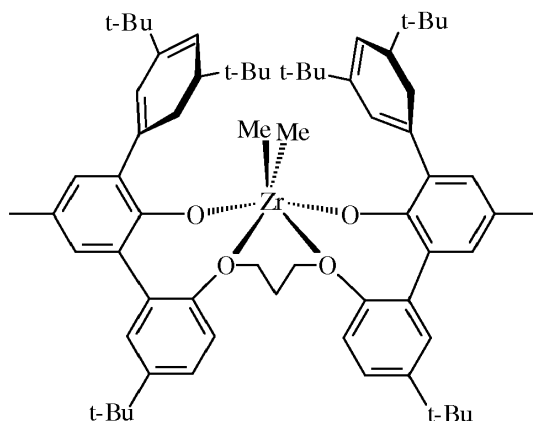


Las condiciones de polimerización para IPC1 se indican en la Tabla 2A. Haciendo referencia a la Tabla 2A, MMAO es metil aluminoxano modificado; y RIBS-2 es bis(alquil de sebo hidrogenado)metilo, tetrakis(pentafluorofenil)borato (1-) amina, usados como cocatalizadores.

Composición de poliolefina de la invención 2

- 5 La composición poliolefínica de la invención 2 (IPC2) comprende un interpolímero de etileno-octeno, que tiene una densidad de aproximadamente $0,913 \text{ g/cm}^3$, un índice de fusión (I_2), medido a 190°C y 2,16 kg, de aproximadamente 0,84 g/10 minutos, una relación de flujo de fusión (I_{10}/I_2) de aproximadamente 6,6. Se midieron propiedades adicionales de IPC2, y se presentan en la Tabla 1A.

- 10 IPC2 se preparó mediante polimerización en solución en un sistema de reactor de bucle doble en presencia de un sistema catalizador basado en zirconio tanto en el primer como en el segundo reactor, en el que el sistema catalizador basado en zirconio comprende $[2,2''\text{-}[1,3\text{-propanodiilbis(oxi-kO)]bis[3'',5,5''\text{tris}(1,1\text{-dimetiletil)-5'-metil}[1,1':3',1''\text{-tercfeñil]-2'-olato-kO}]dimitil-, (OC-6-33) \text{-zirconio}$, representado por la siguiente fórmula:

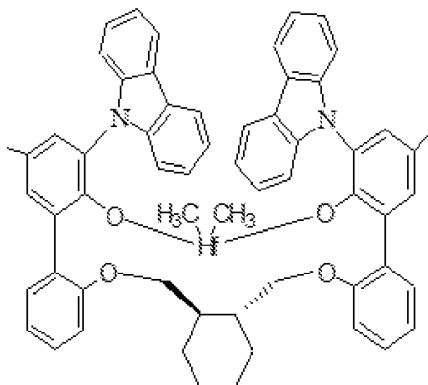


- 15 Las condiciones de polimerización para IPC2 se indican en la Tabla 2A. Haciendo referencia a la Tabla 2A, MMAO es metil aluminoxano modificado; y RIBS-2 es bis(alquil de sebo hidrogenado)metilo, tetrakis(pentafluorofenil)borato(1-) amina, usados como cocatalizadores.

Composición 3 de poliolefina de la invención

- 20 La composición poliolefínica de la invención 3 (IPC3) comprende un interpolímero de etileno-octeno, que tiene una densidad de aproximadamente $0,912 \text{ g/cm}^3$, un índice de fusión (I_2), medido a 190°C y 2,16 kg, de aproximadamente 0,81 g/10 minutos, una relación de fluidez en estado fundido (I_{10}/I_2) de aproximadamente 6,2. Se midieron propiedades adicionales de IPC3, y se presentan en la Tabla 1A.

- 25 IPC3 se preparó mediante polimerización en solución en un sistema de reactor de bucle doble en presencia de un sistema catalítico basado en hafnio tanto en el primer como en el segundo reactor, en el que el sistema catalizador basado en hafnio comprendía bis((2-oxoil-3-(dibenzo-1H-pirrol)-1-il)-5-(metil)fenil)-2-fenoximetil)-metileno-trans-1,2-ciclohexanodiilhafnio(IV)-dimetilo, representado por la fórmula siguiente:



Las condiciones de polimerización para IPC3 se presentan en la Tabla 2A. Haciendo referencia a la Tabla 2A, MMAO es metil aluminoxano modificado; y RIBS-2 es bis(alquil de sebo hidrogenado)metil, tetrakis(pentafluorofenil)borato(1-) amina, usados como cocatalizadores.

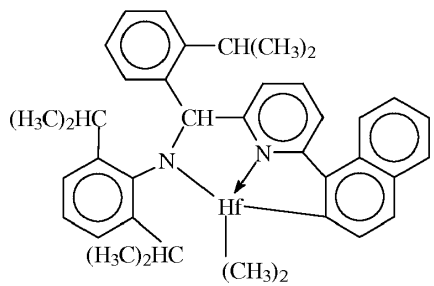
- 30 Composición de poliolefina de la invención 4

La composición de poliolefina de la invención 4 (IPC4) comprende un interpolímero de etileno-octeno, que tiene una densidad de aproximadamente 0,913 g/cm³, un índice de fusión (I₂), medido a 190°C y 2,16 kg, de aproximadamente 0,8 g/10 minutos, una relación de flujo de fusión (I₁₀/I₂) de aproximadamente 6,3. Se midieron propiedades adicionales de IPC4, y se presentan en la Tabla 1B.

- 5 El IPC4 se preparó mediante polimerización en solución en un sistema de reactor de bucle doble en presencia de un sistema de catalizador basado en Hafnio en el primer reactor y un sistema de catalizador basado en zirconio en el segundo reactor;

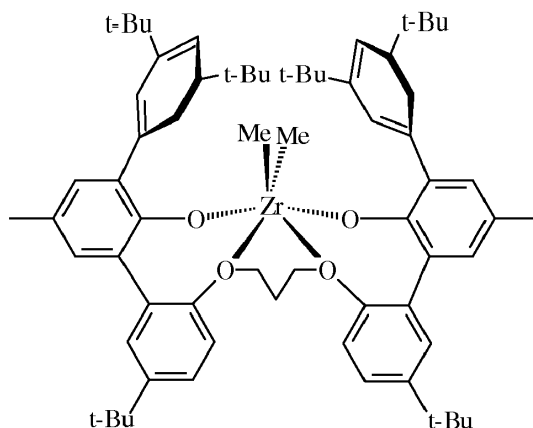
En el que el catalizador basado en hafnio comprende un sistema catalizador de 2-[N-(2,6-diisopropilfenilamido)-o-isopropilfenilmetil]-6-(2- η -1-naftil)-piridil hafnio (IV) dimetilo, descrito adicionalmente en el documento de patente de los Estados Unidos No. 6.953.764, y que tiene una estructura de acuerdo con la siguiente fórmula:

10



y

en el que el sistema catalizador basado en zirconio comprende [2,2''-[1,3-propanodiolbis(oxi- κ O)]bis[3'',5,5''-tris(1,1-dimetiletil-5'-metil[1,1':3',1''-tercfeñil]-2'-olato- κ O)]dimetil-, (OC-6-33)-zirconio, representado por la siguiente fórmula:



15

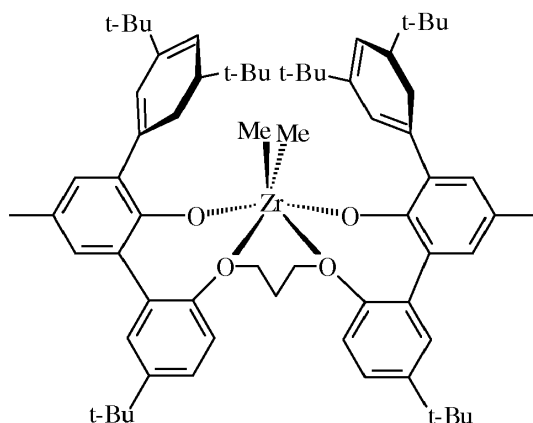
Las condiciones de polimerización de IPC4 se indican en las Tablas 2B. Haciendo referencia a la Tabla 2B, MMAO es metil aluminoxano modificado; y RIBS-2 es bis(alquil de sebo hidrogenado)metil, tetrakis(pentafluorofenil)borato(1-) amina, usados como cocatalizadores.

Composición 5 de la poliolefina de la invención

- 20 La composición poliolefínica de la invención 5 (IPC5) comprende un interpolímero de etileno-octeno, que tiene una densidad de aproximadamente 0,913 g/cm³, un índice de fusión (I₂), medido a 190°C y 2,16 kg, de aproximadamente 0,9 g/10 minutos, una relación de flujo de fusión (I₁₀/I₂) de aproximadamente 7,2. Se midieron propiedades adicionales de IPC5 y se indican en la Tabla 1B.

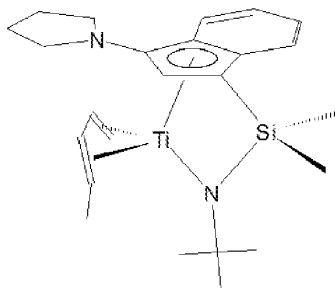
- 25 IPC5 se preparó mediante polimerización en solución en un sistema de reactor de bucle doble en presencia de un sistema de catalizador basado en zirconio en el primer reactor y un sistema de catalizador de geometría constreñida en el segundo reactor;

en el que el sistema catalizador basado en zirconio comprende [2,2''-[1,3-propanodiolbis(oxi- κ O)]bis[3'',5,5''-tris(1,1-dimetiletil)-5'-metil[1,1':3',1''-tercfeñil]-2'-olato- κ O)]dimetil-, (OC-6-33)-zirconio, representado por la siguiente fórmula:



y

en el que el catalizador de geometría constreñida comprende (N-(1,1-dimetiletil)-1,1-dimetil-1-((1,2,3,3a,7a-h)-3-(1-pirrolidinil)-1H-inden-1-il)silanaminato(2-)-N)((2,3,4,5-h)-2,4-pentadieno)titanio, representado por la siguiente fórmula:



5

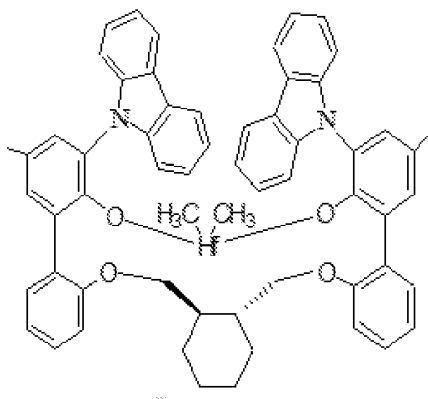
Las condiciones de polimerización para IPC5 se presentan en la Tabla 2B. Haciendo referencia a la Tabla 2B, MMAO es metil aluminoxano modificado; y RIBS-2 es bis(alquilo de sebo hidrogenado)metilo, tetrakis (pentafluorofenil)borato(1-) amina, usados como cocatalizadores.

Composición 6 de la poliolefina de la invención

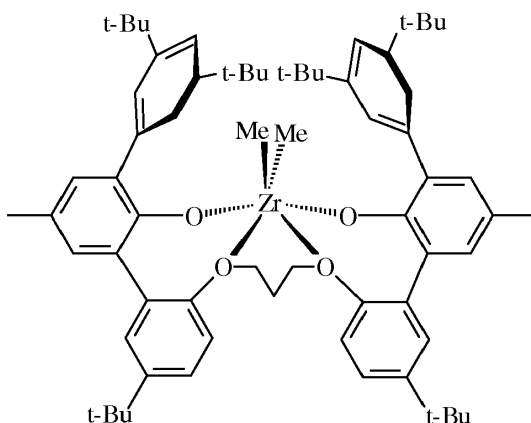
10 La composición 6 de poliolefina de la invención (IPC6) comprende un interpolímero de etileno-octeno, que tiene una densidad de aproximadamente 0,914 g/cm³, un índice de fusión (I₂), medido a 190°C y 2,16 kg, de aproximadamente 0,8 g/10 minutos, una relación de flujo de fusión (I₁₀/I₂) de aproximadamente 7,1. Se midieron propiedades adicionales de IPC6, y se presentan en la Tabla 1B.

15 IPC6 se preparó mediante polimerización en solución en un sistema de reactor de bucle doble en presencia de un sistema de catalizador basado en hafnio en el primer reactor y un sistema de catalizador basado en zirconio en el segundo reactor;

en el que el sistema catalizador basado en hafnio comprende bis((2-oxoil-3-(dibenzo-1H-pirrol-1-il)-5-(metil)fenil)-2-fenoximetil)-metiltrans-1,2-ciclohexanodihafnio (IV) dimetilo, representado por la siguiente fórmula:



20 y en el que el sistema catalizador basado en zirconio comprende [2,2"-[1,3-propanodihilbis(oxi-κO)]bis[3",5,5"-tris(1,1-dimetiletil)-5'-metil[1,1':3",1"-tercifenil]-2'-olato-κO]]dimetil-, (OC-6-33)-zirconio, representado por la siguiente fórmula:



Las condiciones de polimerización para IPC6 se presentan en la Tabla 2B. Haciendo referencia a la Tabla 2B, MMAO es metil aluminoxano modificado; y RIBS-2 es bis(alquilo de sebo hidrogenado)metilo, tetrakis (pentafluorofenil)borato(1-) amina, usados como cocatalizadores.

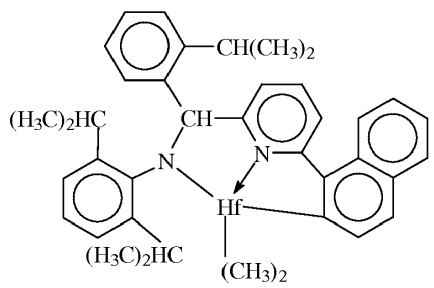
5 Composición de la poliolefina de la invención 7

La composición poliolefínica de la invención 7 (IPC7) comprende un interpolímero de etileno-octeno, que tiene una densidad de aproximadamente 0,913 g/cm³, un índice de fusión (I₂), medido a 190°C y 2,16 kg, de aproximadamente 0,8 g/10 minutos, una relación de flujo de fusión (I₁₀/I₂) de aproximadamente 6,4. Se midieron propiedades adicionales de IPC7 y se presentan en la Tabla 1B.

10 IPC7 se preparó mediante polimerización en solución en un sistema de reactor de bucle doble en presencia de un sistema de catalizador basado en hafnio en el primer reactor y un sistema de catalizador basado en zirconio en un segundo reactor;

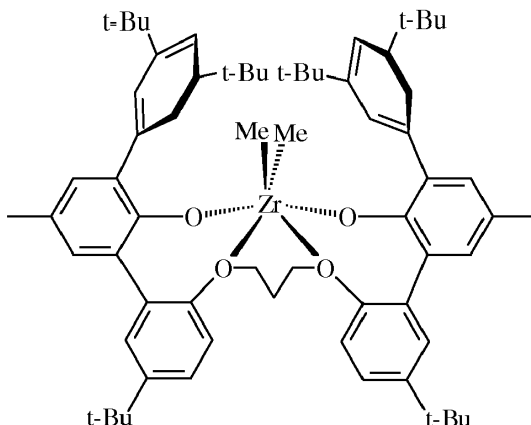
en el que el catalizador basado en hafnio comprende un sistema catalizador de 2-[N-(2,6-diisopropilfenilamido)-o-isopropilfenilmetil]-6-(2-η-1-naftil)-piridil hafnio (IV) dimetilo, descrito adicionalmente en el documento de patente de los Estados Unidos No. 6.953.764, y que tiene una estructura de acuerdo con la siguiente fórmula:

15



y

en el que el sistema catalizador basado en zirconio comprende [2,2'''-[1,3-propanodiilbis(oxi-κO)]bis[3'',5,5''-tris(1,1-dimetiletil)-5'-metil[1,1':3',1''-tercfeñil]-2'-olato-κO]]dimetil-, (OC-6-33)-zirconio, representado por la siguiente fórmula:



20

Las condiciones de polimerización para IPC7 se indican en la Tabla 2C. Haciendo referencia a la Tabla 2C, MMAO es metil aluminoxano modificado; y RIBS-2 es bis(alquil de sebo hidrogenado)metil, tetrakis(pentafluorofenil) borato(1-) amina, usados como cocatalizadores.

Los siguientes ejemplos ilustran las composiciones comparativas.

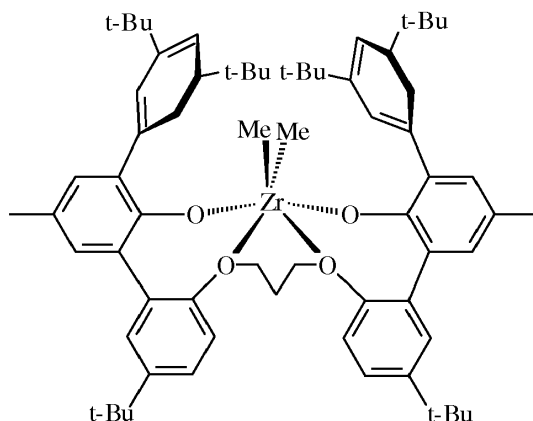
5 Composición de poliolefina comparativa 1

El ejemplo comparativo 1 (CPC1) es EXCEED™ 1012 comercialmente disponible de ExxonMobil Chemical Company. Las propiedades de CPC2 se midieron, y se presentan en la Tabla 1A.

Composición de poliolefina comparativa 2

10 La composición de poliolefina comparativa 2 (CPC2) comprende un interpolímero de etileno-octeno que tiene una densidad de aproximadamente 0,907 g/cm³, un índice de fusión (I₂), medido a 190°C y 2,16 kg, de aproximadamente 0,9 g/10 minutos, una relación de flujo de fusión (I₁₀/I₂) de aproximadamente 8,6. Se midieron propiedades adicionales de CPC2, y se presentan en la Tabla 1A.

15 El CPC2 se preparó mediante polimerización en solución en un sistema de reactor de bucle doble en presencia de un sistema catalizador basado en zirconio en el primer y segundo reactor, en el que el sistema catalizador basado en zirconio comprende [2,2"-[1,3-propanodilbis(oxi-κO)]bis[3",5,5"-tris(1,1-dimetiletil)-5'-metil[1,1':3'1"-tercfeñil]-2'-olato-κO]]dimetil-, (OC-6-33)-zirconio, representado por la siguiente fórmula:



20 Las condiciones de polimerización para CPC2 se indican en la Tabla 2C. Con referencia a la Tabla 2C, MMAO es metil aluminoxano modificado; y RIBS-2 es bis(alquil de sebo hidrogenado)metil, tetrakis(pentafluorofenil)borato (1-) amina, usados como cocatalizadores.

Tabla 1A

	Método de ensayo	Unidad	CPC1	CPC2	IPC1	IPC2	IPC3
Densidad	ASTM D792 Método B	g/cm ³	0,9110	0,9066	0,9134	0,9126	0,9123
12	ASTM D1238	G/10 min	1,05	0,86	0,81	0,84	0,81
I10/I2	ASTM D1238		5,7	8,57	6,7	6,58	6,18
Tm1	DSC	°C	101,1	105,6	113,9	108,6	108,9
Tm2	DSC	°C	- 114,1	---	---	---	---
Delta Hf	DSC	J/g	125,7	116,4	135,4	133,0	133,0
Tc1	DSC	°C	101,3	90,5	95,8	93,0	91,4
Tc2	DSC	°C	90,4	57,5	---	---	---

ES 2 635 491 T3

	Método de ensayo	Unidad	CPC1	CPC2	IPC1	IPC2	IPC3
Tc3	DSC	°C	60,8	---	---	---	---
Delta He	DSC	J/g	124,9	116,4	140,3	136,7	135,6
Comonomero Dist,Índice	Método CDC		0,750	0,918	0,820	0,921	0,900
Desviación estándar, C	Método CDC		10,002	12,089	10,283	5,828	6,392
Amplitud media, C	Método CDC		20,760	19,052	12,040	5,656	5,529
Amplitud media/ desviación estándar	Método CDC		2,076	1,576	1,171	0,970	0,865
CDC	Método CDC		36,1	58,3	70,0	94,9	104,1
Tipo de comonomero (Cx)	¹³ C RMN		Hexeno	Octeno	Octeno	Octeno	Octeno
Cx Mol%	¹³ C RMN	%	3,48	3,78	3,0	2,74	2,61
Cx% en peso	¹³ C RMN	%	9,77	13,58	11,0	10,14	9,67
Ramificación C4 /1000C	¹³ C RMN		16,3	---	---	---	---
Ramificación C6/1000C	¹³ C RMN		---	17,0	13,8	12,7	12,1
Vinil/1000C	¹ H RMN		0,053	0,046	0,048	0,038	0,011
Cis & Trans vinilenos/1000C	¹ H RMN		0,014	0,006	0,025	0,005	0,006
Trisub/1000C	¹ H RMN		0,074	0,005	0,016	---	0,002
Vinilideno/1000C	¹ H RMN		0,03	0,01	0,022	0,004	---
Total insaturados/1000C	¹ H RMN		0,17	0,06	0,111	0,05	0,02
Mn	Conv, GPC	g/mol	49.405	43.150	32.443	50.931	51.847
Mz	Conv, GPC	g/mol	201.450	192.765	249.095	203.287	220.064
Mw/Mn	Conv, GPC		2,30	2,33	3,72	2,18	2,28
η^* @ 0,1 rad/s	DMS	Pa.s	6.253	11.605	8.574	9.548	8.740
$[\eta^* @ 0,1 \text{ (rad/s)}]/[\eta^* @ 100 \text{ (rad/s)}]$	DMS		2,7	6,7	4,2	4,1	3,6
$G' @ 0,1 \text{ rad/s}$	DMS	Pa	12	223	30	90	47
$\text{Tan Delta} @ 0,1 \text{ rad/s}$	DMS		54,2	5,1	28,3	11	19
η_0	Viscosidad de cizallamiento nulo	Pa.s	6.949	14.327	9.272	10.515	9.756
ZSVR	Calculado		1,08	3,45	1,14	1,75	1,34

Tabla 1B

Nombre de la muestra	Método de ensayo	Unidades	IPC4	IPC5	IPC 6	IPC7
Densidad	ASTM D792 Método B	g/cm ³	0,9134	0,9134	0,9139	0,9132
I2	ASTM D1238	g/10 min	0,77	0,87	0,82	0,83
I10/I2	ASTM D1238		6,3	7,2	7,1	6,4
Tm1	DSC	°C	108,5	109,8	113,6	114,6
Delta Hf	DSC	J/g	135,5	135	129,6	134,1
Tc1	DSC	°C	93,1	93,9	95,99	96,3
Delta Hc	DSC	J/g	138,8	136,3	129,2	138,5
Índice de distribución del comonomero	Método CDC		0,948	0,924	0,874	0,714
Desviación estándar, C	Método CDC		5,091	7,262	11,502	14,445
Amplitud media, C	Método CDC		7,350	14,610	10,333	11,003
Amplitud media/ Desviación estándar	Método CDC		1,444	2,012	0,898	0,762
CDC	Método CDC		65,6	45,9	97,2	93,7
Tipo de comonomero (Cx)	¹³ C RMN		Octeno	Octeno	Octeno	Octeno
Cx Mol%	¹³ C RMN	%	2,8	2,9	2,72	2,9
Cx% en peso	¹³ C RMN	%	10,2	10,6	10,04	10,7
Ramificación C4/1000C	¹³ C RMN		---	---	---	---
Ramificación C6/1000C	¹³ C RMN		12,8	13,2	12,6	13,4
Vinilo/1000C	¹ H RMN		0,032	0,038	0,031	0,034
Cis & Trans Vinilenos/1000C	¹ H RMN		0,004	0,025	0,004	0,004
Trisub/1000C	¹ H RMN		0,002	0,012	ND	0,004
Vinilideno/1000C	¹ H RMN		0,017	0,009	0,003	0,014
Total insat/1000C	¹ H RMN		0,054	0,084	0,037	0,057
Mn	Conv, GPC	g/mol	36.641	38.259	44.951	42.208
Mz	Conv, GPC	g/mol	235.101	225.772	236.343	224.068
Mw/Mn	Conv, GPC		3,31	2,92	2,56	2,81

ES 2 635 491 T3

Nombre de la muestra	Método de ensayo	Unidades	IPC4	IPC5	IPC 6	IPC7
η^* @ 0,1 rad/s	DMS	Pa.s	8.,756	9.260	9.249	8.484
$[\eta^* @ 0,1 \text{ (rad/s)}]/[\eta^* @ 100 \text{ (rad/s)}]$	DMS		3,7	4,7	4,6	3,8
G' @ 0,1 rad/s	DMS	Pa	28	99	76	32
Tan Delta @ 0,1 rad/s	DMS		31,8	9,3	12,1	26,4
η_0	Viscosidad de cizalladura nula	Pa.s	9.390	10.667	10.560	9.091
ZSVR	Calculado		1,14	1,75	1,55	1,20

Tabla 2A

Número de muestra	Unidades	IPC1	IPC2	IPC 3
ALIMENTOS DE REACTORES				
Rx1 caudal total del disolvente	Kg/h (Lb/h)	612,3 (1350)	618,7 (1364)	566,1 (1248)
Rx1 flujo de etileno fresco	Kg/h (Lb/h)	106,1 (234)	102,5 (226)	107,9 (238)
Rx1 flujo total de etileno	Kg/h (Lb/h)	111,1 (245)	107,5 (237)	112,5 (248)
Rx1 flujo de comonomero fresco	Kg/h (Lb/h)	21,3 (47)	18,6 (41)	14,1 (31)
Rx1 flujo de comonomero total	Kg/h (Lb/h)	52,2 (115)	48,1 106	27,2 (60)
Rx1 relación disolvente/etileno	Proporción	5,77	6,03	5,24
Rx1 porcentaje de moles de hidrógeno	% moles	0,41	0,56	1,79
Rx2				
Rx2 Caudal total del disolvente	Kg/h (Lb/h)	166,9 (368)	173,7 (383)	156,5 (345)
Rx2 Flujo de etileno fresco	Kg/h (Lb/h)	62,6 (138)	64,9 (143)	59,9 (132)
Rx2 Flujo total de etileno	Kg/h (Lb/h)	63,9 (141)	66,2 (146)	61,2 (135)
Rx2 Flujo de comonomero fresco	Kg/h (Lb/h)	0	0	9
Rx2 flujo de comonomero total	Kg/h (Lb/h)	9,1 (20)	8,6 (19)	7,7 (17)
Rx2 relación de alimentación de disolvente/etileno	Proporción	2,67	2,68	2,61
Rx2 Porcentaje de moles de hidrógeno	% moles	0,016	0,014	0,017
REACCIÓN				

ES 2 635 491 T3

Número de muestra	Unidades	IPC1	IPC2	IPC 3
Rx1 Temperatura de control	°C	119	120	130
Rx1 concentración de comonomero de salida	g/l	30,8	32,4	13,9
Rx1 Conversión de etileno	%	77,2	81,8	77,2
Rx1 FTnIR Concentración de salida de C2 (crudo)	g/l	22,3	17,0	23,4
Rx1 FTnIR Salida C2 Concentración de salida de C2, (Cor.)	g/l	22,3	17,0	23,4
Rx1 FTnIR Factor de corrección	g/l	0,0	0,00	0,00
Rx1 Logaritmo de viscosidad	-	3,54	3,15	3,10
Rx1 Viscosidad	Cp	3480	1415	1255
Rx2 Temperatura de control	°C	175	175	175
Rx2 Concentración de comonomero de salida	g/l	16,9	15,6	4,2
Rx2 Conversión de etileno	%	83,9	82,8	83,2
Rx2 FTnIR concentración de salida de C2 (crudo)	g/l	14,9	14,7	14,4
Rx2 FTnIR Concentración de salida de C2 (cor)	g/l	9,3	9,3	10,0
Rx2 FTnIR Factor de corrección	g/l	-5,6	-5,4	-4,4
Rx2 Logaritmo de la viscosidad	-	2,88	2,70	3,00
Rx2 Viscosidad	cP	753	501	992
Rx1 División	%	55	56	54
CATALIZADOR				
Rx1 eficiencia del catalizador	kg de polímero/kg de metal presente en el sistema catalizador	210.000	18.520.000	15.650.000
Rx1 Relación molar de RIBS 2	Relación	1,49	1,69	1,67
Rx1 Relación molar de MMAO	Relación	8,62	16,24	9,91
Rx2 Eficiencia del catalizador	kg de polímero/kg de metal presente en el sistema catalizador	3.070.000	3.300.000	2.2500,000
Rx2 Relación molar de RIBS 2	Relación	1,22	1,54	1,41
Relación molar de MMAO	Relación	4,97	6,92	4,91

Tabla 2B

Número de muestra	Unidades	IPC4	IPC5	IPC6
ALIMENTOS DE REACTORES				
Rx1 Caudal total del disolvente	Kg/h (Lb/h)	706,7 (1558)	553,8 (1221)	580,1 (1279)
Rx1 Flujo de etileno fresco	Kg/h (Lb/h)	122,5 (270)	96,2 (212)	100,7 (222)
Rx1 Flujo total de etileno	Kg/h (Lb/h)	128,4 (283)	100,7 (222)	105,2 (232)
Rx1 Flujo de comonomero fresco	Kg/h (Lb/h)	17,7 (39)	19,9 (44)	17,7 (39)
Rx1 Flujo de comonomero total	Kg/h (Lb/h)	47,6 (105)	55,3 (122)	35,4 (78)
Rx1 Relación disolvente/etileno	Relación	5,77	5,76	5,76
Rx1 Porcentaje de moles de hidrógeno	Moles %	0,57	0,40	0,86
Rx2 Caudal total del disolvente	Kg/h (Lb/h)	105,7 (233)	190,5 (420)	190,9 (421)
Rx2 Flujo de etileno fresco	Kg/h (Lb/h)	35,8 (79)	71,2 (157)	66,2 (146)
Rx2 Flujo total de etileno	Kg/h (Lb/h)	36,7 (81)	72,6 (160)	68 (150)
Rx2 Flujo de comonomero fresco	Kg/h (Lb/h)	0	0	0
Rx2 Flujo de comonomero total I	Kg/h (Lb/h)	4,5 (10)	12,7 (28)	6,3 (14)
Rx2 Relación de disolvente de alimentación/etileno	Relación	2,95	2,67	2,88
Rx2 Porcentaje de moles de hidrógeno	Moles %	0,028	0,014	0,015
REACCIÓN				
Rx1 Temperatura de control	°C	120	120	150
Rx1 Concentración de comonomero de salida	g/l	24,2	40,6	16,1
Rx1 Conversión de etileno	%	71,3	83,2	79,7
Rx1 FTnIR concentración de salida de C2 (crudo)	g/l	27,4	16,4	18,7
Rx1 FTnIR, concentración de salida de C2. (corr.)	g/l	27,4	16,4	18,7
Rx1 FTnIR Factor de corrección	g/l	0,0	0,0	0,0

ES 2 635 491 T3

Número de muestra	Unidades	IPC4	IPC5	IPC6
ALIMENTOS DE REACTORES				
Rx1 Logaritmo de la viscosidad	-	3,27	3,39	3,01
Rx1 Viscosidad	cP	1858	2453	1033
Rx2 Temperatura de control	°C	175	175	175
Rx2 Concentración de comonomero de salida	g/l	12,6	23,0	7,5
Rx2 Conversión de etileno	%	80,8	83,5	83,9
Rx2 FTnIR Concentración de salida de C2 (crudo)	g/l	14,3	14,9	14,4
Rx2 FTnIR Concentración de salida de C2 (corr.)	g/l	8,8	9,9	9,2
Rx2 FTnIR Factor de corrección	g/l	-5,5	-5,1	-5,2
Rx2 logaritmo de la viscosidad	-	2,76	2,79	2,73
Rx2 Viscosidad	cP	569	612	534
Rx1 División	%	60	54	54
CATALIZADOR				
Rx1 Eficiencia del catalizador	kg polímero/kg metal presente en el sistema catalizador	190.000	17.210.000	12.780.000
Rx1 Relación molar de RIBS-2	Relación	1,49	1,40	1,97
Rx1 Relación molar de MMAO	Relación	5,29	8,33	13,89
Rx2 Eficiencia del Catalizador	kg polímero/kg metal presente en el sistema catalizador	5.120.000	4.980.000	8.360.000
Rx2 Relación molar de RIBS-2	Relación	1,55	1,22	1,15
Rx2 Relación molar de MMAO	Relación	8,54	4,95	5,32

Tabla 2C

Número de muestra	Unidades	IPC7	CPC2
ALIMENTOS DE REACTORES			
Rx1 Caudal total del disolvente	Kg/h (Lb/h)	639,1 (1409)	502,6 (1108)
Rx1 Flujo de etileno fresco	Kg/h (Lb/h)	93 (205)	87,1 (192)
Rx1 Flujo total de etileno	Kg/h (Lb/h)	98 (216)	91,6 (202)
Rx1 Flujo de comonomero fresco	Kg/h (Lb/h)	19,9 (44)	24,9 (55)
Rx1 Flujo de comonomero total	Kg/h (Lb/h)	37,2 (82)	39,5 (87)
Rx1 Relación disolvente de alimentación/etileno	Relación	6,87	5,76
Rx1 Porcentaje de moles de hidrógeno	% moles	0,41	0,18
Rx2 Caudal total del disolvente	Kg/h (Lb/h)	198,7 (438)	193,2 (426)
Rx2 Flujo de etileno fresco	Kg/h (Lb/h)	75,3 (166)	72,6 (160)
Rx2 Flujo total de etileno	Kg/h (Lb/h)	77,1 (170)	73,9 (163)
Rx2 Flujo de comonomero fresco	Kg/h (Lb/h)	0	0
Rx2 Flujo comonomero total	Kg/h (Lb/h)	5,9 (13)	5,9 (13)
Rx2 Relación de disolvente/etileno	Relación	2,64	2,67
Rx2 Porcentaje de moles de hidrógeno	% moles	0,521	0,216
REACCIÓN			
Rx1 Temperatura de control	°C	118	150
Rx1 Concentración de comonomero de salida	g/l	17,2	21,2
Rx1 Conversión de etileno	%	86,8	94,9
Rx1 FTnIR Concentración de salida de C2 (crudo)	g/l	11,3	5,0
Rx1 FTnIR Concentración de salida (corr,)	g/l	11,3	5,0
Rx1 FTnIR Factor de corrección	g/l	0,0	0
Rx1 Logaritmo de la viscosidad	-	3,40	3,14
Rx1 Viscosidad	cP	2494	1375

Número de muestra	Unidades	IPC7	CPC2
ALIMENTOS DE REACTORES			
Rx2 Temperatura de control	°C	175	190
Rx2 Concentración de comonomero de salida	g/l	6,0	1,5
Rx2 Conversión de etileno	%	83,8	85,1
Rx2 FTnIR Concentración de salida de C2 (crudo)	g/l	14,2	9,5
Rx2 FTnIR Concentración de salida de C2 (corr.)	g/l	8,8	8,4
Rx2 FTnIR Factor de corrección	g/l	-5,4	-1,1
Rx2 logaritmo de la viscosidad	-	2,76	2,75
Rx2 Viscosidad	cP	580	569
Rx1 División	%	54	60
CATALIZADOR			
Rx1 Eficiencia del catalizador	kg polímero/kg metal presente en el sistema catalizador	200.000	5.030.000
Rx1 Relación molar de RIBS-2	Relación	1,20	1,49
Rx1 Relación molar de MMAO	Relación	10,03	9,90
Rx2 Eficiencia del catalizador	kg polímero/kg metal presente en el sistema catalizador	7.050.000	1.870.000
Rx2 Relación molar de RIBS-2	Relación	1,62	1,54
Rx2 Relación molar de MMAO	Relación	9,92	10,06

Fabricación de películas monocapa y de tres capas coextrudidas

Se fabricaron películas monocapa y coex (tres capas) sobre la línea de película soplada de 7 capas de Hosokawa Alpine Esta línea consta de siete extrusoras de alimentación de 50 mm, 30:1 L/D, ranuradas que utilizan tornillos de barrera y una matriz de coexión de 250 mm (9,9 pulgadas) La matriz está equipada con refrigeración interna de burbujas

5

Películas monocapa

IPC1 a IPC7, CPC1 y CPC2 se convirtieron en películas sopladas monocapa 1-7 de la invención y películas sopladas monocapa comparativas. Se fabricaron películas sopladas de monocapa (IMBF) 1-7 y películas sopladas de monocapa comparativas (CMBF) 1-2 en la línea de película soplada de 7 capas de Hosokawa Alpine Los puntos de ajuste de la condición de extrusión y las condiciones medidas se enumeran a continuación

10

Puntos de ajuste:

BUR = 2,5

Salida del troquel = 11,3 pph/pulgada

ES 2 635 491 T3

Espacio del troquel = 2 mm

Altura de la línea de helada = 35-37 pulgadas

Tamaño del troquel = 250 mm

Las condiciones de extrusión medidas para CMBF1 e IMBF2 se dan en las Tablas 3A-G

5 Tabla 3A

Nombre de la muestra	Anillo de aire (%)	IBC (%)	Escape (%)	Tumbado cm (pulgadas)	Velocidad de corte m/min (pies/minuto)
IMBF2	50,0	60	55,7	97,86 (38,53)	58,12 (190,7)
CMBF1	51,5	60	57,0	98,32 (38,71)	57,69 (189,3)

Tabla 3B

Número de muestra de IMBF2	Extrusora 1		Extrusora 2		Extrusora 3	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura °C (°F)	21,1 (70,0)	22,1 (71,9)	21,1 (70,0)	22 (71,7)	21,1 (70,0)	22,5 (72,5)
Barril 2 Temperatura °C (°F)	193,1 (380,0)	193,3 (379,9)	193,1 (380,0)	193,2 (379,7)	193,1 (380,0)	193,3 (379,9)
Barril 3 Temperatura °C (°F)	193,1 (380,0)	193,1 (380,0)	193,1 (380,0)	193,1 (380,0)	193,1 (380,0)	193 (379,4)
Barril 4 Temperatura °C (°F)	193,1 (380,0)	193,2 (379,7)	193,1 (380,0)	193,2 (379,8)	193,1 (380,0)	193,2 (379,8)
Barril 5 Temperatura °C (°F)	193,1 (380,0)	195,9 (384,6)	193,1 (380,0)	193,2 (379,8)	193,1 (380,0)	193,3 (379,9)
Barril 6 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	230,0 (446,1)	232,2 (450,0)	231,2 (448,1)	232,2 (450,0)	231,2 (448,2)
Barril 7 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,6 (450,7)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	232,4 (450,3)
Barril 8 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	231,7 (449,0)	232,2 (450,0)	232,1 (449,8)	232,2 (450,0)	231,7 (449,1)
RPM de la extrusora	61,6	61,6	56,9	56,8	57,7	57,6
Salida kg/h (lb/h)	23,8 (52,5)	24,3 (53,7)	22,2 (49,0)	22,3 (49,1)	22,2 (49,0)	22,13 (48,8)
Presión de fusión antes del paquete de pantalla kg/cm² (psi)	401,9 (5717)		416,7 (5927)		475,7 (6781)	
Carga del motor (%)	48,6		47,7		49,5	

ES 2 635 491 T3

Número de muestra de IMBF2	Extrusora 1		Extrusora 2		Extrusora 3	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Temperatura de fusión °C (°F)	266,9 (512,5)		260,5 (500,9)		259 (498,3)	

Tabla 3C

Número de muestra de IMBF2	Extrusora 4		Extrusora 5		Extrusora 6	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura °C (°F)	21,1 (70,0)	23,2 (73,7)	21,1 (70,0)	21,4 (70,5)	21,1 (70,0)	23,2 (73,7)
Barril 2 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,1 (379,6)	193,3 (380,0)	193,2 (379,7)	193,3 (380,0)	193,2 (379,8)
Barril 3 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,2 (379,8)	193,3 (380,0)	193,3 (379,9)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)
Barril 4 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,2 (379,7)	193,3 (380,0)	192,8 (379,1)	193,3 (380,0)	192,8 (379,1)
Barril 5 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,4 (380,2)	193,3 (380,0)	193,3 (379,9)	193,3 (380,0)	193,3 (379,9)
Barril 6 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232 (449,7)	232,2 (450,0)	231,5 (448,8)	232,2 (450,0)	231,1 (448,0)
Barril 7 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,3 (450,1)	232,2 (450,0)	232,3 (450,2)	232,2 (450,0)	233 (451,5)
Barril 8 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,6 (450,7)	232,2 (450,0)	232,4 (450,3)	232,2 (450,0)	231,7 (449,0)
RPM de la extrusora	58,4	58,4	58,1	58,2	54,6	54,6
Salida kg/h (lb/h)	22,2 (49,0)	22,1 (48,8)	22,2 (49,0)	22,2 (48,9)	22,2 (49,0)	22,1 (48,8)
Presión de fusión antes del paquete de pantalla kg/cm ² (psi)	488,5 (6948)		468,9 (6670)		451,9 (6427)	
Carga del motor (%)	49,2		48,7		48,9	
Temperatura de fusión °C (°F)	257 (494,6)		255,4 (491,8)		259,1 (498,4)	

Tabla 3D

Número de muestra de IMBF2	ExtrusorExtrusora 7	
	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura °C (°F)	21,1 (70,0)	21,5 (70,7)
Barril 2 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)
Barril 3 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,6 (380,5)
Barril 4 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,2 (379,8)
Barril 5 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,4 (380,2)
Barril 6 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,4 (450,3)
Barril 7 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,8 (451,1)
Barril 8 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,3 (450,1)
RPM de la extrusora	57,0	57,0
Salida kg/h (lb/h)	23,8 (52,5)	23,9 (52,8)
Presión de fusión antes del paquete de pantalla (psi)	6628	
Carga del motor (%)	50,8	
Temperatura de fusión °C (°F)	258,4 (497,1)	

Tabla 3E

Número de muestra de CMBF1	Extrusora 1		ExtrusorExtrusora 2		Extrusora 3	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura °C (°F)	21,1 (70,0)	19,6 (67,3)	21,1 (70,0)	20,7 (69,2)	21,1 (70,0)	21,4 (70,6)
Barril 2 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,4 (381,1)	193,3 (380,0)	193 (379,4)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)
Barril 3 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,4 (380,2)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,5 (380,3)
Barril 4 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	192,4 (378,4)	193,3 (380,0)	192,8 (379,1)	193,3 (380,0)	192,8 (379,1)
Barril 5 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	192,4 (378,3)	193,3 (380,0)	192,9 (379,2)	193,3 (380,0)	193 (379,4)
Barril 6 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	231,2 (448,1)	232,2 (450,0)	232,1 (449,8)	232,2 (450,0)	231,8 (449,2)

ES 2 635 491 T3

Número de muestra de CMBF1	Extrusora 1		Extrusora 2		Extrusora 3	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Barril 7 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	231,8 (449,3)	232,2 (450,0)	232 (449,6)	232,2 (450,0)	232,3 (450,1)
Barril 8 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	231,7 (449,0)	232,2 (450,0)	232 (449,6)	232,2 (450,0)	231,9 (449,5)
RPM de la extrusora	49,8	49,8	45,5	45,5	44,0	44,0
Salida kg/h (lb/h)	23,8 (52,5)	23,8 (52,6)	22,2 (49,0)	22,2 (49,0)	22,2 (49,0)	22,3 (49,2)
Presión de fusión antes del paquete de pantalla kg/cm ² (psi)	375,6 (5342)		357,4 (5083)		409,7 (5828)	
Carga del motor (%)	51,2		51,8		54,1	
Temperatura de fusión °C (°F)	254,3 (489,7)		248,9 (480,1)		251,7 (485,1)	

Tabla 3F

Número de muestra de CMBF1	Extrusora 4		Extrusora 5		Extrusora 6	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura °C (°F)	21,1 (70,0)	21,6 (70,9)	21,1 (70,0)	20,8 (69,5)	21,1 (70,0)	21,5 (70,8)
Barril 2 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,1 (379,6)	193,3 (380,0)	192,8 (379,1)	193,3 (380,0)	192,6 (378,7)
Barril 3 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,1 (379,6)	193,3 (380,0)	193,4 (380,1)	193,3 (380,0)	192,5 (378,5)
Barril 4 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,2 (379,7)	193,3 (380,0)	193 (379,4)	193,3 (380,0)	190,4 (374,8)
Barril 5 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	192,8 (379,0)	193,3 (380,0)	192,8 (379,1)
Barril 6 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,6 (450,7)	232,2 (450,0)	232,4 (450,3)	232,2 (450,0)	230,7 (447,2)
Barril 7 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	231,4 (448,5)	232,2 (450,0)	232 (449,6)	232,2 (450,0)	231,8 (449,3)
Barril Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,8 (451,0)	232,2 (450,0)	232,4 (450,3)	232,2 (450,0)	231,7 (449,1)
RPM de la extrusora	45,1	45,0	44,8	44,9	45,9	45,9

Número de muestra de CMBF1	ExtrusorExtrusora 4		ExtrusorExtrusora 5		ExtrusorExtrusora 6	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Salida kg/h (lb/h)	22,2 (49,0)	22,1 (48,8)	22,2 (49,0)	22,1 (48,7)	22,2 (49,0)	22,3 (49,1)
Presión de fusión antes del paquete de pantalla kg/cm ² (psi)	360 (5120)		358,6 (5101)		377 (5362)	
Carga del motor (%)	52,7		53,3		53,1	
Temperatura de fusión °C (°F)	244,2 (471,6)		242,3 (468,2)		250,2 (482,4)	

Tabla 3G

Número de muestra de CMBF1	ExtrusorExtrusora 7	
	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura °C (°F)	21,1 (70,0)	21,2 (70,1)
Barril 2 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,8 (380,9)
Barril 3 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,7 (380,7)
Barril 4 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,8 (380,8)
Barril 5 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	194,1 (381,4)
Barril 6 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	233,1 (451,6)
Barril 7 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,4 (450,3)
Barril 8 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,3 (450,2)
RPM de la extrusora	43,5	43,5
Salida kg/h (lb/h)	23,8 (52,5)	23,7 (52,3)
Presión de fusión antes del paquete de pantalla kg/cm ² (psi)	374,2 (5323)	
Carga del motor (%)	54,9	
Temperatura de fusión °C (°F)	240 (464,1)	

Películas sopladas coextruídas de tres capas

- 5 ICP1-7 y CPC1-2 se formaron en películas de soplado coextruídas de tres capas 1-7 de la invención y películas de soplado coextruídas de tres capas comparativas 1-2 Se fabricaron películas sopladas coextruídas de tres capas de la invención ITCBF 1-7 y películas sopladas coextruídas de tres capas comparativas CTCBF 1-2, en la línea de película soplada de 7 capas de Hosokawa Alpine Los puntos de ajuste de la condición de extrusión y las condiciones medidas se enumeran a continuación

Puntos de ajuste:

BUR = 2,5

Salida del troquel = 14,6 pph/pulgada

Espacio = 2 mm

5

Altura de la línea de helada = 35-37 in

Piso plano = 38,6-38,7 pulgadas.

Tamaño de la matriz = 250 mm

Las condiciones de extrusión medidas para CTCBF1 e ITCBF2 se dan en la Tabla 4A-G

Tabla 4A

Nombre de la muestra	Anillo de aire (%)	IBC (%)	Escape (%)	Bloqueo (0-5)	Velocidad de corte pies/minuto
ITCBF2	53	60	56,1	2	123,6
CTCBF1	51	60	56,0	2	121,8

10

Tabla 4B

Número de muestra de ITCBF2	Extrusora 1		Extrusora 2		Extrusora 3	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura °C (°F)	21,1 (70,0)	38,1 (100,6)	21,1 (70,0)	30,9 (87,6)	21,1 (70,0)	27,8 (82,0)
Barril 2 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,7 (380,6)	193,3 (380,0)	193,4 (380,1)	193,3 (380,0)	193,3 (379,9)
Barril 3 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,2 (379,7)	193,3 (380,0)	193,2 (379,8)	193,3 (380,0)	193,2 (379,8)
Barril 4 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	192,5 (378,5)	193,3 (380,0)	193,2 (379,8)	193,3 (380,0)	193,4 (8380,2)
Barril 5 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	191,8 (377,3)	193,3 (380,0)	193,2 (379,8)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)
Barril 6 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	231,7 (449,0)	232,2 (450,0)	232,3 (450,2)	232,2 (450,0)	232,3 (450,1)
Barril 7 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,4 (450,4)	232,2 (450,0)	232,4 (450,3)	232,2 (450,0)	233 (451,4)
Barril 8 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	231,9 (449,4)	232,2 (450,0)	232,3 (450,2)	232,2 (450,0)	232,3 (450,2)
RPM de la extrusora	71,0	71,1	43,8	43,7	31,6	31,6
Salida kg/h (lb/h)	40,8 (90,0)	41 (90,5)	30,6 (67,5)	31,1 (68,6)	20,4 (45,0)	20,3 (44,8)

ES 2 635 491 T3

Número de muestra de ITCBF2	Extrusora 1		Extrusora 2		Extrusora 3	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Presión de fusión antes del paquete de pantalla kg/cm ² (psi)	492,6 (7006)		442,5 (6294)		429,8 (6113)	
Carga del motor (%)	58,2		55,9		53,3	
Temperatura de fusión °C (°F)	246,6 (475,9)		240,8 (465,4)		243,2 (469,8)	

Tabla 4C

número de muestra de ITCBF2	Extrusora 4		Extrusora 5		Extrusora 6	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura °C (°F)	21,1 (70,0)	28,3 (83,0)	21,1 (70,0)	20,9 (69,6)	21,1 (70,0)	33,7 (92,7)
Barril 2 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,5 (380,3)	193,3 (380,0)	193,4 (380,1)	193,3 (380,0)	193,6 (380,5)
Barril 3 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,2 (379,7)	193,3 (380,0)	193,5 (380,2)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)
Barril 4 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,2 (379,7)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193 (379,5)
Barril 5 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,4 (380,2)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (379,9)
Barril 6 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,2 (449,9)	232,2 (450,0)	232,2 (449,9)	232,2 (450,0)	232,2 (449,9)
Barril 7 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,4 (450,3)	232,2 (450,0)	232,3 (450,1)	232,2 (450,0)	233,3 (451,9)
Barril 8 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232 (449,6)	232,2 (450,0)	232,3 (450,2)	232,2 (450,0)	232 (449,7)
RPM de la extrusora	31,2	31,2	30,9	30,8	44,2	44,0
Salida kg/h (lb/h)	20,4 (45,0)	20,4 (45,1)	20,4 (45,0)	20,4 (45,1)	30,6 (67,5)	30,5 (67,3)
Presión de fusión antes del paquete de pantalla kg/cm ² (psi)	424,5 (6038)		398,9 (5674)		481,2 (6845)	
Carga del motor (%)	52,7		53,3		56,4	
Temperatura de fusión °C (°F)	235,9 (456,6)		233,5 (452,4)		243,9 (471,1)	

Tabla 4D

Número de muestra de ITCBF2	Extrusora 7	
	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura °C (°F)	21,1 (70,0)	22,9 (73,2)
Barril 2 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)
Barril 3 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,5 (380,3)
Barril 4 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	189,2 (372,6)
Barril 5 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	192,2 (378,0)
Barril 6 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	228 (442,4)
Barril 7 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	234,3 (453,7)
Barril 8 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,6 (450,7)
RPM de la extrusora	63,3	63,4
Salida kg/h (lb/h)	40,8 (90,0)	40,9 (90,2)
Presión de fusión antes del paquete de pantalla kg/cm ² (psi)	630,7 (8971)	
Carga del motor (%)	70,9	
Temperatura de fusión °C (°F)	256 (492,8)	

Tabla 4E

Número de muestra de de CTCBF1	Extrusora 1		Extrusora 2		Extrusora 3	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura °C (°F)	21,1 (70,0)	36,4 (97,5)	21,1 (70,0)	31,8 (89,3)	21,1 (70,0)	26,2 (79,1)
Barril 2 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (379,9)
Barril 3 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,4 (380,2)	193,3 (380,0)	193,4 (380,2)	193,3 (380,0)	193,4 (380,1)
Barril 4 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,7 (380,7)	193,3 (380,0)	193,4 (380,1)	193,3 (380,0)	193,4 (380,2)
Barril 5 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,4 (380,2)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (379,9)
Barril 6 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,3 (450,1)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	232,3 (450,1)
Barril 7 Temperatura °C (°F)	232,2	232	232,2	231,9	232,2	233,4

ES 2 635 491 T3

Número de muestra de de CTCBF1	Extrusora 1		Extrusora 2		Extrusora 3	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
	(450,0)	(449,6)	(450,0)	(449,4)	(450,0)	(452,1)
Barril 8 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	231,9 (449,5)	232,2 (450,0)	232,7 (450,9)
RPM de la extrusora	71,7	71,6	45,8	45,8	29,5	29,5
Salida kg/h (lb/h)	40,8 (90,0)	40,9 (90,2)	30,6 (67,5)	30,7 867,7)	20,4 (45,0)	20,4 (45,0)
Presión de fusión antes del paquete de pantalla kg/cm² (psi)	466,5 (6635)		428,9 (6101)		405 (5761)	
Carga del motor (%)	56,3		55,7		53,9	
Temperatura de fusión °C (°F)	247,6 (477,7)		241,7 (467,0)		242,2 (468,0)	

Tabla 4F

Número de muestra de CTCBF1	Extrusora 4		Extrusora 5		Extrusora 6	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura °C (°F)	21,1 (70,0)	34 (83,3)	21,1 (70,0)	20,4 (68,7)	21,1 (70,0)	33,7 (92,7)
Barril 2 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,4 (380,1)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)
Barril 3 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,4 (380,1)	193,3 (380,0)	193,3 (379,9)
Barril 4 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,2 (379,8)	193,3 (380,0)	193,3 (379,9)	193,3 (380,0)	193,4 (380,2)
Barril 5 Temperatura °C (°F)	193,3 (380,0)	193,3 (379,9)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)	193,3 (380,0)
Barril 6 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,3 (450,1)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	232,3 (450,1)
Barril 7 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	232,5 (450,6)	232,2 (450,0)	232,8 (451,0)
Barril 8 Temperatura °C (°F)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	232,2 (450,0)	232,3 (450,1)	232,2 (450,0)	232,4 (450,4)
RPM de la extrusora	33,1	33,1	30,6	30,4	46,3	46,3
Salida kg/h (lb/h)	20,4 (45,0)	20,4 (45,1)	20,4 (45,0)	20,4 (44,9)	30,6 (67,5)	67,1

Número de muestra de CTCBF1	Extrusora 4		Extrusora 5		Extrusora 6	
	Ajuste	Real	Ajuste	Real	Ajuste	Real
Presión de fusión antes del paquete de pantalla kg/cm^2 (psi)	404,2 (5749)		388,9 (5531)		469,4 (6676)	
Carga del motor (%)	52,3		54,1		56,4	
Temperatura de fusión $^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{F}$)	235,9 (456,7)		233,4 (452,1)		242,9 (469,3)	

Tabla 4G

Número de muestra de CTCBF1	Extrusora 7	
	Ajuste	Real
Barril 1 Temperatura $^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{F}$)	21,1 (70,0)	21,2 (70,2)
Barril 2 Temperatura $^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{F}$)	193,3 (380,0)	193,1 (379,6)
Barril 3 Temperatura $^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{F}$)	193,3 (380,0)	193,1 (379,6)
Barril 4 Temperatura $^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{F}$)	193,3 (380,0)	193,4 (380,2)
Barril 5 Temperatura $^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{F}$)	193,3 (380,0)	193,2 (379,7)
Barril 6 Temperatura $^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{F}$)	232,2 (450,0)	232,1 (449,8)
Barril 7 Temperatura $^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{F}$)	232,2 (450,0)	233,5 (452,4)
Barril 8 Temperatura $^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{F}$)	232,2 (450,0)	232,3 (450,1)
RPM de la extrusora	55,8	55,8
Salida kg/cm^2 (lb/h)	40,8 (90,0)	40,9 (90,3)
Presión de fusión antes del paquete de pantalla kg/cm^2 (psi)	454,3 (6463)	
Carga del motor (%)	61,9	
Temperatura de fusión $^{\circ}\text{C}$ ($^{\circ}\text{F}$)	240,8 (465,5)	

5 Haciendo referencia a la figura 1, se usó la extrusora 1 para fabricar la capa 1 (la capa de la piel) Las extrusoras 2, 3, 4, 5 y 6 se usaron para fabricar la capa 2 (la capa de núcleo) y la extrusora 7 se utilizó para fabricar la capa 3 (la capa sellante) en el interior de la burbuja de película soplada La relación de capa (cantidad) y el espesor por el número de capa se dan en la Tabla 5

Tabla 5

Número de capa	Cantidad (%)	Espesor (mil)
1	20	0,4
2	60	1,2
3	20	0,4
Total	100	2

Estructura laminada de la invención (ILS) 1-7 y estructuras comparativas laminadas (CLS) 1-2

Se prepararon las estructuras laminadas de la invención (ILS) 1-7 y las estructuras laminadas comparativas (CLS) 1-2 de acuerdo con el siguiente proceso. La película de PET de 48 g (primaria) va a través de la cubierta de revestimiento donde se aplicó el adhesivo de dos componentes a base de disolvente (ADCOTE® 577 A/B de The Dow Chemical Company) a ~28-30% de sólidos con un cilindro 130 con un volumen de 18,2 millones por micra cúbica (BCM) con un peso de recubrimiento de ~ 1,75 libras por resma. Después de aplicar el adhesivo, la banda viaja a través de un horno de dos zonas para expulsar todo el disolvente, y luego se desplaza al laminador que consiste en un rollo de acero calentado de ~ 15 pulgadas de diámetro y un rodillo de caucho EPDM de ~ 7 pulgadas de diámetro. El lado posterior de la película de PET recubierta hace contacto con el rollo de acero caliente. Entretanto, la película soplada coextruida de tres capas se trata con corona a 38 - 42 dinas. El lado tratado con corona de la película soplada coextruida de tres capas entra en contacto con el lado adhesivo del PET cuando entra entre el rollo de caucho y el rodillo de acero calentado (~140180° F a una presión de 40-60 psi) donde la película de PET y la película soplada coextruida de tres capas se combinan. La estructura de laminado coextruido resultante se enrolla sobre el sistema de rebobinado formando así la estructura laminada de la invención (ILS) 1-7 y las estructuras comparativas laminadas (CLS) 1-2.

Haciendo referencia a la Figura 1, las estructuras laminadas comprenden (a) Una capa sellante (0,4 mil de espesor) que comprende uno de IPC1-7 o uno de CPC1-2; (b) Capa de núcleo (1,2 mil de espesor) que comprende 80 por ciento en peso de un interpolímero de etileno-octeno que tiene una densidad de 0,920 g/cm³ y un índice de fusión I₂ de 1 g/10 minutos (comercialmente disponible bajo el nombre comercial DOWLEX™ 2045 de The Dow Chemical Company) y 20 por ciento en peso de un polietileno de baja densidad que tiene una densidad de 0,923 g/cm³ y un índice de fusión I₂ de 0,88 g/10 minutos (comercialmente disponible bajo el nombre comercial DOW™ LDPE 611A de The Dow Chemical Company); (c) Capa de la piel (0,4 mil espesor) que comprende 80 por ciento en peso de un interpolímero de etileno-octeno que tiene una densidad de 0,920 g/cm³ y índice de fusión I₂ de 1 g/10 minutos (comercialmente disponible bajo el nombre comercial DOWLEX™ 2045 de The Dow Chemical Company) y 20 por ciento en peso de un polietileno de baja densidad que tiene una densidad de 0,923 g/cm³ y índice de fusión I₂ de 0,88 g/10 minutos (comercialmente disponible bajo el nombre comercial DOW™ LDPE 611A de The Dow Chemical Company); (d) una capa adhesiva que comprende un adhesivo a base de disolvente de 2 componentes disponible bajo el nombre comercial ADCOTE™ 577 de The Dow Chemical Company; y (e) una capa de tereftalato de polietileno (PET) (0,5 mil de espesor).

Las estructuras laminadas de la invención (ILS) 1-7 y las estructuras laminadas comparativas (CLS) 1-2 se fabricaron como bolsas de la invención (IB) 1-7 y bolsas comparativas (CB) 1-2 en la máquina de sellado de relleno de forma vertical (VFFS) de Hayssen-Sandiarce Modelo Ultima ST 12-16 HP. La bolsa se ilustra en la Figura 2. El proceso de formación, depósito y sellado de la bolsa se ilustra en la Figura 3.

La integridad de la capa sellante se ensayó realizando ensayos de hermeticidad en bolsas vacías 1-7 y bolsas comparativas vacías 1-2 y resistencia a la formación de defectos (luna) en las bolsas 1-7 de la invención rellenas y en las bolsas comparativas rellenas 1-2. Se encontró que las bolsas selladas de la invención tenían una excelente hermeticidad y resistencia a la formación de defectos.

Se ensayaron propiedades adicionales para las películas sopladas de monocapa de la invención (IMBF) 1-7 y las películas sopladas de monocapa comparativas (CMBF) 1-2 y los resultados se presentan en las Tablas 6A y B.

Se ensayaron las estructuras laminadas de la invención (ILS) 1-7 y estructuras laminadas comparativas (CLS) 1-2 para determinar las propiedades de la capa sellante en cada estructura laminada y los resultados se presentan en las Tablas 6A y B.

45

Tabla 6A

Propiedades	Métodos de ensayo	Unidades	CMBF1	CMBF2	IMBF1	IMBF2	IMBF 3	IMBF 4
2% Módulo secante MD	ASTM D882	psi	15.291	12.001	18.400	20.993	17.367	17999
Dardo B	ASTM D1709	g	392	924	856	852	556	776
Norma del ensayo de desgarre de Elmendorf MD	ASTM D1922	g/mil	190	203	203	208	207	207
Neblina total	ASTM D1003	%	11,6	10,8	8	6	6	7
			CLS1	CLS2	ILS1	ILS2	ILS3	ILS4
Fuerza UHT	ASTM F1921	N/m (N/pulgada)	795,3 (20,2)	507,9 (12,9)	574,8 (14,6)	858,3 (21,8)	877,9 (22,3)	803,1 (20,4)
Pegado caliente @ 130°C	ASTM F1921	N/m (N/pulgada)	728,3 (18,5)	421,2 (10,7)	574,8 (14,6)	858,3 (21,8)	877,9 (22,3)	803,1 (20,4)
Pegado caliente a 150°C	ASTM F1921	N/m (N/pulgada)	330,7 (8,4)	385,8 (9,8)	401,6 (10,2)	342,5 (8,7)	311 (7,9)	315 (8)
Temperatura de inicio del sellado térmico (HSIT)	ASTM E88	°C	85	85	95	95	95	95
Temperatura final de la resistencia del sello de calor (UHSST)	ASTM E88	°C	110	110	110	110	110	110
Delta (UHSST-HSIT)	ASTM E88	°C	25	25	15	15	15	15
Peso mínimo de la formación de defectos a 250 ms y 180°C		g	1200	900	600	1100	1000	1100

Tabla 6B

Propiedades	Métodos de ensayo	Unidades	IMBF5	IMBF6	IMBF7
2% Módulo Secante MD	ASTM D882	Kg/cm ² (psi)	1467,4 (20.871)	1661,2 (23.628)	1287,9 (18.319)
Dardo B	ASTM D1709	g	596	804	616
Norma del ensayo de desgarre de Elmendorf MD	ASTM D1922	g/mil	209	224	208
Neblina total	ASTM D1003	%	10	14	6

ES 2 635 491 T3

Propiedades	Métodos de ensayo	Unidades	IMBF5	IMBF6	IMBF7
			ILS5	ILS6	ILS7
Fuerza UHT	ASTM F1921	N/m (N/pulgada)	752 (19,1)	775,6 (19,7)	708,7 (18)
Pegado caliente @ 130°C	ASTM F1921	N/m (N/pulgada)	752 (19,1)	775,6 (19,7)	708,7 (18)
Pegado caliente a 150°C	ASTM F1921	N/m (N/pulgada)	330,71 (8,4)	385,8 (9,8)	307,1 (7,8)
Temperatura de inicio del sellado térmico (HSIT)	ASTM E88	°C	95	95	95
Temperatura final de la resistencia del sello de calor (UHSST)	ASTM E88	°C	110	110	110
Delta (UHSST-HSIT)	ASTM E88	°C	15	15	15
			IB5	IB6	IB7
Peso mínimo de la formación de defectos a 250 ms y 180°C		g	1100	1000	900

Métodos de ensayo

Los métodos de ensayo incluyen lo siguiente:

Densidad

- 5 Las muestras que se miden para la densidad se preparan de acuerdo con ASTM D4703 Las mediciones se realizan dentro de una hora de prensado de muestras usando ASTM D792, Método B

Índice de fusión

- 10 El Índice de fusión (I_2) se mide de acuerdo con ASTM D1238, condición 190°C/2,16 kg, y se indica en gramos eluidos por 10 minutos El caudal de fusión (I_{10}) se mide de acuerdo con ASTM D1238, condición 190°C/10 kg, y se indica en gramos eluidos por 10 minutos

Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

- 15 DSC puede usarse para medir el comportamiento de fusión y cristalización de un polímero en una amplia gama de temperaturas Por ejemplo, el Q1000 DSC, de TA Instruments equipado con un RCS (sistema de refrigeración refrigerado) y un autoinyector se utiliza para realizar este análisis Durante los ensayos se utiliza un flujo de gas de purga de nitrógeno de 50 ml/min Cada muestra se prensa por fusión en una película delgada a aproximadamente 175°C; la muestra fundida se enfría entonces a la temperatura ambiente (~ 25°C) Se extrae un espécimen de 3-10 mg, 6 mm de diámetro del polímero enfriado, se pesa, se coloca en una bandeja de aluminio ligero (aproximadamente 50 mg) y se cierra herméticamente Después se realiza el análisis para determinar sus propiedades térmicas

- 20 El comportamiento térmico de la muestra se determina elevando la temperatura de la muestra hacia arriba y hacia abajo en rampa para crear un flujo de calor frente al perfil de temperatura En primer lugar, la muestra se calienta rápidamente a 180°C y se mantiene isotérmica durante 3 minutos con el fin de eliminar su historia térmica A continuación, la muestra se enfría a -40° C a una velocidad de enfriamiento de 10° C/minuto y se mantiene isotérmica a -40° C durante 3 minutos La muestra se calienta entonces a 150°C (esta es la rampa de "segundo calor") a una velocidad de calentamiento de 10°C/minuto Se registran las curvas de enfriamiento y segunda calefacción La curva de enfriamiento se analiza fijando los puntos finales de referencia desde el comienzo de la cristalización a -20°C La curva de calor se analiza fijando puntos finales de línea de base desde -20°C hasta el final de la fusión Los valores determinados son temperatura de fusión máxima (T_m), temperatura de cristalización máxima (T_c), calor de fusión (H_f) (en julios por gramo) y el porcentaje de cristalinidad calculado para las muestras utilizando la ecuación apropiada, por ejemplo para el interpolímero de etileno/alfa-olefina usando la Ecuación 1
- 30

% Cristalinidad = $((H_f)/(292 \text{ J/g})) \times 100$ Ecuación 1

El calor de fusión (H_f) y la temperatura máxima de fusión se informan desde la segunda curva de calor La temperatura de cristalización máxima se determina a partir de la curva de enfriamiento

Espectrometría mecánica dinámica (DMS) barrido de frecuencia

5 Las muestras se moldearon por compresión en placas circulares de 3 mm de espesor x 25 mm de diámetro a 177°C durante 5 minutos bajo una presión de 10 MPa en aire La muestra se sacó entonces de la prensa y se puso en el mostrador para enfriar

Se realizaron mediciones de barrido de frecuencia de temperatura constante en un reómetro controlado por tensión ARES (TA Instruments) equipado con placas paralelas de 25 mm, bajo una purga de nitrógeno Para cada medición, el reómetro se equilibró térmicamente durante al menos 30 minutos antes de poner a cero la separación La muestra se colocó en la placa y se dejó fundir durante cinco minutos a 190°C. Las placas se cerraron a continuación a 2 mm, se recortó la muestra y después se inició el ensayo. El método tiene un retraso adicional de cinco minutos incorporado, para permitir el equilibrio de la temperatura. Los experimentos se realizaron a 190°C en un rango de frecuencia de 0,1-100 rad/s a cinco puntos por intervalo de década La amplitud de la deformación fue constante al 10% La respuesta de tensión se analizó en términos de amplitud y fase, a partir de la cual se calcularon el módulo de almacenamiento (G'), el módulo de pérdida (G''), el módulo complejo (G^*), la viscosidad compleja dinámica (η^*) y tan δ o tan delta

Cromatografía convencional de permeación en gel (GPC)

20 El sistema GPC consiste o bien en un instrumento modelo PL-210 de Polymer Laboratories o un instrumento PL-220 de Polymer Laboratories equipados con un detector de concentración de índice de refracción (RI) Los compartimientos del carrusel y la columna funcionan a 140°C Tres columnas de Mixed-B de 10 μm de Polymer Laboratories se usan con el disolvente 1,2,4-triclorobenceno Las muestras se preparan a una concentración de 0,1 g de polímero en 50 mililitros de disolvente El disolvente utilizado para preparar las muestras contiene 200 ppm del hidroxitolueno butilado antioxidante (BHT) Las muestras se preparan agitando ligeramente durante cuatro horas a 160°C El volumen de inyección utilizado es de 200 microlitros y el caudal es de 1,0 ml/min La calibración del conjunto de columnas GPC se lleva a cabo con veintidós patrones de poliestireno de distribución estrecha de peso molecular adquiridos a Polymer Laboratories

30 Los pesos moleculares máximo estándar de poliestireno (M_{PS}) se convierten en peso molecular de polietileno (M_{PEPE}) usando la Ecuación 1 La ecuación se describe en Williams y Ward, J Polym Sci Polym Letters, 6, 621 (1968):

$M_{PE} = A \times (M_{PS})^B$ Ecuación 1

Donde A tiene un valor de 0,4316 y B es igual a 1,0

Se determina un polinomio de tercer orden para construir la calibración logarítmica del peso molecular en función del volumen de elución

35 Los cálculos de peso molecular equivalente de polietileno se realizaron utilizando el software PolymerChar "GPC One" Se calculó el peso molecular promedio en número (M_n), el peso molecular promedio en peso (M_w) y el peso molecular medio (M_z) introduciendo los resultados de GPC en las ecuaciones 2 a 4:

$$\overline{M_n} = \frac{\sum_i RI_i}{\sum_i \left(\frac{RI_i}{M_{PE,i}} \right)}$$
 Ecuación 2

$$\overline{M_w} = \frac{\sum_i (RI_i * M_{PE,i})}{\sum_i RI_i}$$
 Ecuación 3

$$\overline{M_z} = \frac{\sum_i (RI_i * M_{PE,i}^2)}{\sum_i (RI_i * M_{PE,i})}$$
 Ecuación 4

40

Dónde R_{li} y $M_{PE,i}$ son la respuesta corregida de referencia del detector de concentración y el peso molecular de polietileno calibrado convencional para la iteava rebanada de la respuesta de concentración, conjunto de datos emparejados de volumen de elución La precisión del peso molecular medio ΔM_w es < 2,6%

5 La MWD se expresa como el peso molecular medio ponderado (M_w) dividido por el peso molecular medio numérico (M_n)

10 El conjunto de columnas GPC se calibra ejecutando 21 patrones de poliestireno de distribución de peso molecular próximo. El peso molecular (PM) de los estándares varía de 580 a 8.400.000, y los estándares están contenidos en 6 mezclas de "cóctel" Cada mezcla estándar tiene al menos una separación de diez entre pesos moleculares individuales Las mezclas estándar se compran a Polymer Laboratories Los patrones de poliestireno se preparan a 0,025 g en 50 ml de disolvente para pesos moleculares iguales o superiores a 1.000.000 y 0,05 g en 50 ml de disolvente para pesos moleculares inferiores a 1.000.000. Los patrones de poliestireno se disolvieron a 80°C con agitación suave durante 30 minutos Las mezclas de estándares próximos se ejecutan primero y en orden de disminución del componente de peso molecular más alto para minimizar la degradación

Método CEF

15 El análisis de la distribución del comonomero se realiza con fraccionamiento de elución por cristalización (CEF) (PolymerChar en España, (B Monrabal et al, Macromol, Symp, 257, 71-79, 2007) Como disolvente se utiliza orto-diclorobenceno (ODCB) con 600 ppm de hidroxitolueno butilado antioxidante (BHT) La preparación de la muestra se realiza con auto muestreador a 160°C durante 2 horas bajo agitación a 4 mg/ml (a menos que se especifique lo contrario) El volumen de inyección es de 300 µl El perfil de temperatura de CEF es: cristalización a 3°C/min de 110°C a 30°C, equilibrio térmico a 30°C durante 5 minutos, elución a 3°C/min de 30°C a 140°C El caudal durante la cristalización es de 0,052 ml/min El caudal durante la elución es de 0,50 ml/min Los datos se recogen a un punto de datos/segundo

25 La columna de CEF está rellena por Dow Chemical Company con perlas de vidrio a 125 µm ± 6% (MO-SCI Specialty Products) con tubo de acero inoxidable de 1/8 de pulgada Las perlas de vidrio son lavadas con ácido por MO-SCI Specialty por indicación de Dow Chemical Company El volumen de la columna es de 2,06 ml La calibración de la temperatura de la columna se lleva a cabo utilizando una mezcla de polietileno lineal 1475a de NIST material estándar de referencia (1,0 mg/ml y eicosano (2 mg/ml) en ODCB. La temperatura se calibra ajustando la velocidad de calentamiento de elución para que el polietileno lineal NIST 1475a tenga una temperatura máxima a 101,0° C y el eicosano tenga una temperatura máxima de 30,0° C La resolución de la columna CEF se calcula con una mezcla de polietileno lineal NIST 1475a (1,0 mg/ml) y hexacontano (Fluka, purum ≥ 97,0%, 1 mg/ml) Se consigue una separación basal de hexacontano y polietileno NIST 1475a El área de hexacontano (de 35,0 a 67,0°C) al área de NIST 1475a de 67,0 a 110,0°C es de 50 a 50, la cantidad de fracción soluble por debajo de 35,0°C es <1,8% en peso La resolución de columna CEF se define en la ecuación 3, donde la resolución de columna es de 6,0.

Ecuación 3

35
$$\text{Resolución} = \frac{\text{Temperatura máxima de NIST 1475a} - \text{Temperatura máxima de hexacontano}}{\text{Amplitud a mitad de altura de NIST 1475a} + \text{Amplitud a mitad de altura de hexacontano}}$$

Método CDC

40 La constante de distribución de comonomeros (CDC) se calcula a partir del perfil de distribución de comonomeros por CEF CDC se define como el índice de distribución de comonomeros dividido por el factor de forma de distribución de comonomeros multiplicando por 100 como se muestra en la Ecuación 4.

Ecuación 4

$$\text{CDC} = \frac{\text{Índice de distribución de comonomero}}{\text{Factor de forma de distribución de comonomero}} = \frac{\text{Índice de distribución de comonomero} \cdot 100}{\text{Amplitud a mitad/desviación estándar}}$$

45 El índice de distribución de comonomeros representa la fracción de peso total de cadenas de polímero con el contenido de comonomero que oscila entre 0,5 de la mediana del contenido de comonomero (C_{mediana}) y 1,5 de C_{mediana} de 35,0 a 119,0°C El factor de forma de distribución del comonomero se define como la relación de la mitad del ancho del perfil de distribución del comonomero dividido por la desviación estándar del perfil de distribución del comonomero de la temperatura máxima (T_p)

50 CDC se calcula a partir del perfil de distribución de comonomeros por CEF, y CDC se define como índice de distribución de comonomeros dividido por el factor de forma de distribución de comonomeros multiplicando por 100 como se muestra en la Ecuación 4 y en la que el índice de distribución de comonomero representa la fracción de peso total de cadenas de polímero con el contenido del comonomero en el intervalo de 0,5 de la mediana del contenido de comonomero (C_{mediana}) y 1,5 de C_{mediana} de 35,0 a 119,0°C, y en la que el factor de forma de distribución

de comonomero se define como la relación de la mitad del ancho del perfil de distribución del comonomero dividido por la desviación estándar del perfil de distribución del comonomero de la temperatura máxima (T_p)

CDC se calcula de acuerdo con los siguientes pasos:

- 5 A) Obtener una fracción de peso a cada temperatura (T) ($w_T(T)$) de 35,0°C a 119,0°C con un aumento de la etapa de temperatura de 0,2°C a partir de CEF de acuerdo con la Ecuación 5,

Ecuación 5

$$\int_{35}^{119.0} w_T(T) dT = 1$$

(Calcular la mediana de la temperatura ($T_{mediana}$) a una fracción de peso acumulado de 0,500, de acuerdo con la Ecuación 6,

Ecuación 6

$$\int_{35}^{T_{mediana}} w_T(T) dT = 0.5$$

- 10 (C) Calcular la correspondiente mediana del contenido de comonomero en % molar ($C_{mediana}$) a la mediana de la temperatura ($T_{mediana}$) usando la curva de calibración de contenido de comonomero según la Ecuación 7,

Ecuación 7

$$\ln(1 - \text{contenido de comonomero}) = \frac{-207,26 + 0,5533}{273,12 + T}$$

$$R^2 = 0,997$$

- 15 (D) Construir una curva de calibración de contenido de comonomero usando una serie de materiales de referencia con una cantidad conocida de contenido de comonomero, es decir, once materiales de referencia con una distribución estrecha de comonomeros (distribución monomodal de comonomeros en CEF de 35,0 a 119,0 °C) con un peso medio Mw de 35,000 a 115,000 (medido a través de GPC convencional) con un contenido de comonomero que varía de 0,0% molar a 7,0% en moles que se analizan con CEF en las mismas condiciones experimentales especificadas en las secciones experimentales de CEF;

- 20 (E) Calcular la calibración del contenido de comonomero utilizando la temperatura máxima (T_p) de cada material de referencia y su contenido de comonomero, La calibración se calcula a partir de cada material de referencia como se muestra en la Ecuación 7 en la que: R^2 es la constante de correlación,

(F) Calcular el índice de distribución de comonomeros a partir de la fracción de peso total con un contenido de comonomero comprendido entre $0,5 * C_{mediana}$ a $1,5 * C_{mediana}$, y si $T_{mediana}$ es superior a 98,0°C, el índice de distribución de comonomeros se define como 0,95,

- 25 (G) Obtener la altura del pico máximo a partir del perfil de distribución de comonomeros de CEF buscando cada punto de datos para el pico más alto de 35,0°C a 119,0°C (si los dos picos son idénticos, entonces se selecciona el pico de temperatura inferior); la mitad de la anchura se define como la diferencia de temperatura entre la temperatura delantera y la posterior en la mitad de la altura del pico máximo, la temperatura delantera en la mitad del pico máximo se busca hacia adelante desde 35,0°C, mientras que la temperatura trasera a la mitad del pico máximo se busca hacia atrás desde 119,0°C, en el caso de una distribución bimodal bien definida donde la diferencia en las temperaturas máximas es igual o mayor que 1,1 veces la suma de la anchura a la mitad de cada pico, la anchura a la mitad de la composición polimérica basada en etileno de la invención se calcula como el promedio aritmético de la anchura a la mitad de cada pico; y

- (H) Calcular la desviación estándar de la temperatura (Std_{dev}) Según la ecuación 8

Ecuación 8

35
$$\text{Desv. estándar} = \sqrt{\sum_{35.0}^{119.0} (T - T_p)^2 * w_T(T)}$$

Método de medición de la viscosidad por cizallamiento nulo

- Las viscosidades de cizallamiento nulo se obtienen a través de ensayos de fluencia que se realizaron en un reómetro controlado por tensión AR-G2 (TA Instruments, New Castle, Delaware) usando placas paralelas de 25 mm de diámetro a 190°C. El horno del reómetro se ajusta a temperatura de ensayo durante al menos 30 minutos antes de la puesta a cero de los accesorios. A la temperatura de ensayo, se inserta un disco de muestra moldeado por compresión entre las placas y se deja que esté en equilibrio durante 5 minutos. La placa superior se baja entonces hasta 50 µm por encima del espacio de ensayo deseado (1,5 mm), cualquier material superfluo se recorta y la placa superior se baja a la separación deseada. Las mediciones se realizan bajo purga de nitrógeno a un caudal de 5 l/min. El tiempo de fluencia predeterminado es de 2 horas.
- Se aplica una tensión de cizalla constante de 20 Pa para todas las muestras para asegurar que la velocidad de cizallamiento en estado estacionario es lo suficientemente baja como para estar en la región newtoniana. Las velocidades de cizallamiento en estado estacionario resultantes están en el intervalo de 10^{-3} a 10^{-4} s⁻¹ para las muestras en este estudio. El estado estable se determina tomando una regresión lineal para todos los datos en la última ventana de tiempo del 10% del gráfico de log (J(t)) vs log (t), donde J (t) es el cumplimiento de fluencia y t es el tiempo de fluencia. Si la pendiente de la regresión lineal es mayor que 0,97, se considera que se alcanza el estado estacionario, entonces se detiene el ensayo de fluencia. En todos los casos en este estudio la pendiente cumplió el criterio en 2 horas. La velocidad de cizallamiento en estado estacionario se determina a partir de la pendiente de la regresión lineal de todos los puntos de datos en la última ventana de tiempo del 10% del gráfico de ϵ frente a t, donde ϵ es la deformación. La viscosidad de cizallamiento nulo se determina a partir de la relación entre la tensión aplicada y la velocidad de cizallamiento en estado estacionario.
- Con el fin de determinar si la muestra se degrada durante el ensayo de fluencia, se realiza un ensayo de cizalla oscilatoria de pequeña amplitud antes y después del ensayo de fluencia en la misma muestra de 0,1 a 100 rad/s. Se comparan los valores complejos de viscosidad de los dos ensayos. Si la diferencia de los valores de viscosidad a 0,1 rad/s es superior al 5%, se considera que la muestra se ha degradado durante el ensayo de fluencia y se descarta el resultado.
- La relación de viscosidad de cizallamiento cero (ZSVR) se define como la relación entre la viscosidad de cizallamiento nulo (ZSV) del material de polietileno ramificado y la ZSV del material de polietileno lineal al peso molecular promedio en peso equivalente (Mw-gpc) de acuerdo con las siguientes Ecuaciones 9 y 10:

Ecuación 9

$$ZSVR = \frac{\eta_{0B}}{\eta_{0L}}$$

Ecuación 10

$$\eta_{0L} = 2.29 \times 10^{-15} M_{w-gpc}^{3.65}$$

- El valor de ZSV se obtiene a partir del ensayo de fluencia a 190°C mediante el método descrito anteriormente. El valor de Mw-gpc se determina por el método convencional de GPC (Ecuación 3). La correlación entre ZSV de polietileno lineal y su Mw-gpc se estableció sobre la base de una serie de materiales de referencia de polietileno lineal. Una descripción de la relación ZSV-Mw se puede encontrar en la bibliografía del proceeding ANTEC: Karjala, Teresa P., Sammler, Robert L., Mangnus, Marc A., Hazlitt, Lonnie G., Johnson, Mark S., Hagen, Charles M. Jr., Huang, Joe WL., Reichel, Kenneth N., "Detection of low levels of long chain branching in polyolefins", Annual Technical Conference-Society of Plastics Engineers (2008), 66° 887-891.

Método de ¹H RMN

- Se añaden 3,26 g de solución madre a 0,133 g de muestra de poliolefina en un tubo de RMN de 10 mm. La solución madre es una mezcla de tetracloroetano-d₂ (TCE) y percloroetileno (50:50, p: p) con 0,001 M de Cr³⁺. La solución en el tubo se purga con N₂ durante 5 minutos para reducir la cantidad de oxígeno. El tubo de muestra tapado se deja a temperatura ambiente durante la noche para hinchar la muestra polimérica. La muestra se disuelve a 110°C con agitación. Las muestras están libres de los aditivos que pueden contribuir a la insaturación, por ejemplo agentes lubricantes tales como la erucamida.

Los ¹H RMN se realizan con una criosonda de 10 mm a 120°C en un espectrómetro Bruker AVANCE 400 MHz.

- Se ejecutan dos experimentos para obtener la insaturación: el control y los experimentos de doble presaturación.

Para el experimento de control, los datos se procesan con función de ventana exponencial con LB = 1 Hz, la línea de base fue corregida de 7 a -2 ppm. La señal residual de ¹H de TCE se fija en 100, la integral I_{total} de -0,5 a 3 ppm se usa como la señal de polímero entero en el experimento de control. El número de grupos CH₂, NCH₂, en el polímero se calcula como sigue:

Ecuación 11

$$N_{CH_2} = I_{total} / 2 \quad \text{Equation 11}$$

Para el experimento de doble presaturación, los datos se procesan con función de ventana exponencial con LB = 1 Hz, la línea de base fue corregida de 6,6 a 4,5 ppm. La señal del 1H residual de TCE se establece en 100, las integrales correspondientes para insaturaciones ($I_{vinileno}$, $I_{trisustituido}$, I_{vinilo} e $I_{vinilideno}$) se integraron en base a la región mostrada en la Figura 6. Se calcula el número de unidad de insaturación para vinileno, trisustituido, vinilo y vinilideno:

$$N_{vinileno} = I_{vinileno} / 2 \quad \text{Ecuación 12}$$

$$N_{trisustituido} = I_{trisustituido} \quad \text{Ecuación 13}$$

$$N_{vinil} = I_{vinil} / 2 \quad \text{Ecuación 14}$$

$$N_{vinilideno} = I_{vinilideno} / 2 \quad \text{Ecuación 15}$$

La unidad de insaturación/1.000 carbonos se calcula como sigue:

$$N_{vinileno} / 1.000C = (N_{vinileno} / N_{CH_2}) * 1000 \quad \text{Ecuación 16}$$

$$N_{trisustituido} / 1.000C = (N_{trisustituido} / N_{CH_2}) * 1000 \quad \text{Ecuación 17}$$

$$N_{vinil} / 1.000C = (N_{vinil} / N_{CH_2}) * 1000 \quad \text{Ecuación 18}$$

$$N_{vinilideno} / 1.000C = (N_{vinilideno} / N_{CH_2}) * 1000 \quad \text{Ecuación 19}$$

La referencia de desplazamiento químico se establece en 6,0 ppm para la señal 1H del del protón residual de TCT-d2. El control se ejecuta con pulso ZG, TD 32768, NS 4, DS 12, SWH 10.000 Hz, AQ 1,64s, D1 14s,. El experimento de doble presaturación se lleva a cabo con una secuencia de impulsos modificada, O1P 1,354 ppm, O2P 0,960 ppm, PL9 57db, PL21 70 db, TD 32768, NS 200, DS 4, SWH 10.000 Hz, AQ 1,64s, D1 1s, D13 13s. Las secuencias de pulsos modificadas para la insaturación con el espectrómetro Bruker AVANCE 400 MHz se muestran en la Figura 7.

Método de ^{13}C RMN

Las muestras se prepararon añadiendo aproximadamente 2,74 g de tetracloroetano- d_2 conteniendo 0,025 M $Cr(AcAc)_3$ a 0,2 g de muestra en un tubo de RMN Norell 1001-7 de 10 mm. El oxígeno se eliminó purgando manualmente los tubos con nitrógeno usando una pipeta Pasteur durante 1 minuto. Las muestras se disolvieron y se homogeneizaron calentando el tubo y su contenido a $\sim 150^\circ C$ usando un bloque calefactor con un uso mínimo de pistola de calor. Cada muestra se inspeccionó visualmente para asegurar la homogeneidad. Las muestras se mezclaron completamente inmediatamente antes del análisis y no se dejaron enfriar antes de su inserción en la sonda de RMN calentada. Esto es necesario para asegurar que la muestra sea homogénea y representativa del total. Los datos se recogieron utilizando un espectrómetro Bruker 400 MHz equipado con una criosonda Bruker. Los datos se adquirieron utilizando 160 exploraciones, un retardo de repetición de pulso de 6 segundos con una temperatura de muestra de $120^\circ C$. Todas las mediciones se realizaron en muestras no giratorias en modo bloqueado. Las muestras se dejaron equilibrar térmicamente durante 7 minutos antes de la adquisición de datos. Los desplazamientos químicos de ^{13}C RMN se referenciaron internamente a la tríada EEE a 30 ppm.

Medición de la fuerza de fusión

La resistencia a la fusión se midió a $190^\circ C$ con el probador de resistencia a la fusión de Rheotens Modelo 71.97. La masa fundida se produjo mediante un reómetro capilar Goettfert Rheotester 2000 con un troquel plano de 30/2, a una velocidad de cizallamiento de $38,2 s^{-1}$. El barril del reómetro (diámetro: 12 mm) se limó en menos de un minuto. Se permitió un retraso de 10 minutos para la fusión adecuada. La velocidad de recogida de las ruedas Rheotens fue variada, con una aceleración constante de $2,4 mm/s^2$. La tensión en la hebra estirada se controló con el tiempo, hasta que la hebra se rompió. Se informó sobre la fuerza de estado estacionario y la velocidad de rotura.

Ensayos de película soplada monocapa

Se midieron las siguientes propiedades de la película soplada monocapa

- Neblina total: Se muestrean muestras preparadas de acuerdo con la norma ASTM D1003 y se miden las muestras para la neblina interna y la neblina total (total). La neblina interna se obtuvo a través de la concordancia de índice de refracción utilizando aceite mineral en ambos lados de las películas. Un Hazeguard Plus (BYK-Gardner USA, Columbia, MD) se utilizó para los ensayos. La neblina superficial se determinó como la diferencia entre la neblina total y la neblina interna.
- 45° Brillo: ASTM D2457

- MD y CD ensayo de desgarro de Elmendorf : ASTM D 1922
- MD y CD Resistencia a la tracción, 1% y 2% módulo secante: ASTM D882.
- Fuerza de impacto de dardo: ASTM D1709

Ensayos de Película Laminada

5 Pegajosidad en caliente

Las medidas de pegajosidad en caliente sobre la película se realizan usando máquinas de ensayo comerciales Enepay según ASTM F1921 (Método B). Antes del ensayo, las muestras se acondicionan durante un mínimo de 40 horas a 23°C y 50% de HR (humedad relativa) según ASTM D618 (Procedimiento A). El ensayo de adherencia en caliente simula el llenado del material en un saco o bolsa antes de que el sello haya tenido la oportunidad de enfriarse completamente.

Se cortan hojas de dimensiones de 8,5" por 14" de la película laminada coextruida de tres capas, con la dimensión más larga en la dirección de la máquina. Las tiras de 1" de ancho y 14" de largo se cortan de la película [las muestras sólo deben tener una longitud suficiente para ser sujetadas]. Se realizan ensayos en estas muestras en un intervalo de temperaturas y los resultados se indican como la carga máxima en función de la temperatura. En este caso, la medición de la adherencia en caliente se llevó a cabo en el intervalo de 80°C a 180°C. Los pasos de temperatura típicos son 5°C o 10°C con 6 repeticiones realizadas a cada temperatura. Los parámetros utilizados en el ensayo son los siguientes:

Anchura de la muestra: 25,4 mm (1,0 pulgadas)

Presión de Sellado: 0,275 N/mm²

20 Tiempo de estancia del sellado: 0,5 s

Tiempo de retraso: 0,18 s

Velocidad de despegado: 200 mm/s

Las máquinas Enepay hacen sellos de 0,5 pulgadas. Los datos se describen como una curva de pegajosidad en caliente, en la que se representa la fuerza de adherencia en caliente media (N) en función de la temperatura. La temperatura de iniciación en caliente es la temperatura requerida para conseguir una fuerza de adherencia en caliente mínima predefinida. Esta fuerza está típicamente en el rango de 1-2 N, pero variará dependiendo de la aplicación específica. La máxima resistencia a la pegajosidad en caliente es el pico en la curva de pegajosidad en caliente. El rango de adherencia en caliente es el intervalo de temperatura en el que la resistencia del sellado excede la fuerza mínima de pegajosidad en caliente.

30 Termosellado

Las mediciones de termosellado en la película se realizan en una máquina de ensayo de tracción comercial según ASTM F88 (Técnica A). El ensayo de termosellado es un indicador de la fuerza de los sellos (Seal Strength) en materiales de barrera flexible. Para ello, se mide la fuerza necesaria para separar una tira de ensayo de material que contiene el sello e identifica el modo de fallo de la muestra. La resistencia del sello es relevante para la fuerza de apertura y la integridad del paquete.

40 Antes del corte, las películas se acondicionan durante un mínimo de 40 horas a 23°C (± 2°C) y 50% (± 5%) de H.R., según ASTM D618 (procedimiento A). Las láminas se cortan después de la película laminada coextruida de tres capas en la dirección de la máquina a una longitud de aproximadamente 11 pulgadas y una anchura de aproximadamente 8,5 pulgadas. Las láminas se sellan térmicamente a través de la dirección de la máquina en un sellador térmico Kopp en una gama de temperaturas en las siguientes condiciones:

Presión de Sellado: 0,275 N/mm²

Tiempo de estancia del sello: 0,5 s

45 El intervalo de temperatura se da aproximadamente con el intervalo de recubrimiento en caliente (es decir, el intervalo de temperatura sobre el cual se logra al menos un sello de adherencia en caliente mínimo y antes de la temperatura de quemado). En este caso, la medición del sellado térmico se llevó a cabo en el intervalo de 80°C a 140°C.

Las hojas selladas se acondicionan durante un mínimo de 3 horas a 23° (± 2°C) y 50% de R.H. (± 5%) antes de cortar en tiras de una pulgada de ancho. Estas tiras se acondicionan adicionalmente durante un mínimo de 21 horas a 23° (± 2°C) y 50% de H.R. (± 5%) antes del ensayo.

Para el ensayo, las tiras se cargan en las empuñaduras de una máquina de ensayo de tracción a una separación inicial de 2 pulgadas mm y se tira de ellas a una velocidad de separación de agarre de 10 pulgadas/min a 23° (± 2°C) y 50% H.R. (± 5%). Las tiras se ensayan sin soporte. Se realizan seis ensayos repetidos para cada temperatura de sellado.

- 5 Los datos se informan como la carga máxima; tensión en la carga máxima y modo de fallo en función de la temperatura. La temperatura de inicio del sellado térmico (HSIT) se define como la temperatura a la resistencia del sello de 1 libra/pulgada. La máxima temperatura de resistencia del sello térmico (UHSST) se define como la temperatura correspondiente a la resistencia máxima del sello.

Ensayo de hermeticidad del sello

- 10 Los sacos fabricados a partir de las películas laminadas se ensayaron en cuanto a su hermiticidad bajo vacío de 12" en el comprobador de integridad del sello de Visual Check International Modelo H. Las bolsas fueron fabricadas en la máquina Hayssen-Sandiarce Modelo Ultima ST 12-16 HP VFFS. La dimensión de la bolsa era: longitud 9,84 pulgadas, anchura 11 pulgadas. Se probó un mínimo de diez bolsas selladas vacías por muestra de la invención y muestra comparativa. Una bolsa vacía se definió como no conteniendo ningún material sólido empaquetado.
- 15 Las bolsas se colocaron dentro del tanque de ensayo llenas de agua, y se empujaron hacia abajo en el agua por la tapa del probador. Se aplicó un vacío para crear presión de aire dentro de la bolsa. Si el sello escapaba, el aire escapaba de la bolsa y creaba burbujas en el agua.

El porcentaje de hermeticidad se calcula de la siguiente manera:

$$\% \text{ hermeticidad} = 100 * (\text{bolsas sin escapes} / \text{número total de bolsas})$$

- 20 Resistencia a la formación de defectos (Luna)

- La abertura del sello, mientras que el sello está todavía caliente, debido al peso del contenido empaquetado, se probó realizando el ensayo de defecto (formación de luna) en bolsas llenas. En la figura 4 se da un ejemplo de formación de luna. Las bolsas fueron fabricadas en la máquina Hayssen-Sandiarce Modelo Ultima ST 12-16 HP VFFS. La temperatura de mordaza se mantuvo a 180°C y el tiempo de permanencia del sellado fue de 250 mili segundos.
- 25 Se añadieron pesos a la bolsa en el intervalo de 100 g a 1500 g. El peso se dejó caer en la bolsa tan pronto como las mordazas de sellado VFFS se abrieron después de la formación del sellado inferior. Se ensayaron un mínimo de diez bolsas herméticas rellenas por muestra de la invención y muestra comparativa. Las bolsas se inspeccionaron visualmente para la formación de la luna o la abertura del sello en el sello inferior. Se registraron el número de bolsas con y sin formación de luna. El peso mínimo requerido para causar un fallo de sellado inferior en
- 30 el 20% de las bolsas se informó como el peso mínimo requerido para la formación de defectos.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de poliolefina adecuada para aplicaciones sellantes, que comprende:

una composición de interpolímero de etileno/ α -olefina que tiene una constante de distribución de comonómeros (CDC) en el intervalo de 40 a 110, insaturación vinílica de menos de 0,1 vinilos por mil átomos de carbono presentes en la cadena principal de la composición polimérica basada en etileno; una relación de viscosidad de cizalla cero (ZSVR) en el intervalo de 1,01 a 2,0; una densidad en el intervalo de 0,908 a 0,922 g/cm³, un índice de fusión (I_2 aA 190°C / 2,16 kg) en un intervalo de 0,5 a 5,0 g/10 minutos, una distribución del peso molecular (M_w/M_n) en el intervalo de 2,0 a 4,0, y tan delta a 0,1 radian/segundo y 190°C en el intervalo de 5 a 50;

en el que la composición de poliolefina comprende de 85 a 100 por ciento en peso de la composición de interpolímero de etileno/ α -olefina;

la densidad se mide usando ASTM D792, Método B; y

el índice de fusión (I_2) Se mide de acuerdo con ASTM D1238, condición 190°C/2,16 kg.

2. Una composición sellante que comprende:

una composición de poliolefina adecuada para aplicaciones de sellante que comprende

una composición de interpolímero de etileno/ α -olefina que tiene una constante de distribución de comonómero (CDC) en el intervalo de 40 a 110, insaturación vinílica de menos de 0,1 vinilos por mil átomos de carbono presentes en la cadena principal de la composición polimérica basada en etileno; una relación de viscosidad de cizalla cero (ZSVR) en el intervalo de 1,01 a 2,0; una densidad en el intervalo de 0,908 a 0,922 g/cm³, un índice de fusión (I_2 a 190°C/2,16 kg) en un intervalo de 0,5 a 5,0 g/10 minutos, una distribución del peso molecular (M_w/M_n) en el intervalo de 2,0 a 4,0, y tan delta a 0,1 radian/segundo y 190°C en el intervalo de 5 a 50;

en la que la composición de poliolefina comprende de 85 a 100 por ciento en peso de la composición de interpolímero de etileno/ α -olefina;

la densidad se mide usando ASTM D792, Método B; y

el índice de fusión (I_2) se mide de acuerdo con ASTM D1238, condición 190°C/2,16 kg.

3. La composición sellante de la reivindicación 2, que comprende además uno o más polímeros de etileno, o uno o más polímeros basados en propileno, o combinaciones de los mismos.

4. Una película que comprende la composición sellante de la reivindicación 2.

5. Una estructura multicapa que comprende:

una o más capas de película que comprenden la composición sellante de la reivindicación 2.

6. La estructura multicapa de la reivindicación 5, en la que dicha estructura multicapa comprende además una o más capas seleccionadas del grupo que consiste en una o más poliamidas, uno o más poliésteres, una o más poliolefinas y combinaciones de los mismos.

7. La composición de poliolefina de la reivindicación 1, en la que dicha composición de poliolefina se caracteriza por al menos dos de los siguientes:

a. que tiene un impacto de dardo B de al menos 500 g, medido de acuerdo con ASTM D1709, cuando dicha composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un espesor de 1 milésima de pulgada;

b. que tiene un desgarre de Elmendorf normalizado en la dirección de la máquina de al menos 195 g/milésima de pulgada, medido de acuerdo con ASTM D1922, cuando dicha composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un espesor de 1 milésima de pulgada;

c. que tiene un módulo secante al 2% en la dirección de la máquina de al menos 16.000 psi, medido de acuerdo con ASTM D882, cuando la composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un espesor de 1 milésima de pulgada;

d. que tiene una turbidez total inferior o igual al 10%, medida de acuerdo con ASTM D1003, cuando dicha composición de poliolefina se forma en una película soplada monocapa que tiene un espesor de 1 milésima de pulgada.

8. La composición sellante de la reivindicación 2, en la que dicha composición sellante tiene una resistencia al pegado en caliente a 130°C superior a 11 N/pulgada, medida de acuerdo con ASTM F1921, cuando dicha

composición sellante se forma en una película soplada coextruida de tres capas y posteriormente laminada a un sustrato de 0,5 milésima de pulgada de PET.

9. La composición sellante de la reivindicación 2, en la que dicha composición sellante tiene una resistencia de luna en el intervalo de más de 600 g.

5 **10.** Un dispositivo de embalaje que comprende la estructura de capa multicapa de la reivindicación 5.

11. El dispositivo de embalaje de la reivindicación 10, en el que dicho dispositivo de embalaje se usa para envasado de alimentos.

FIG. 1

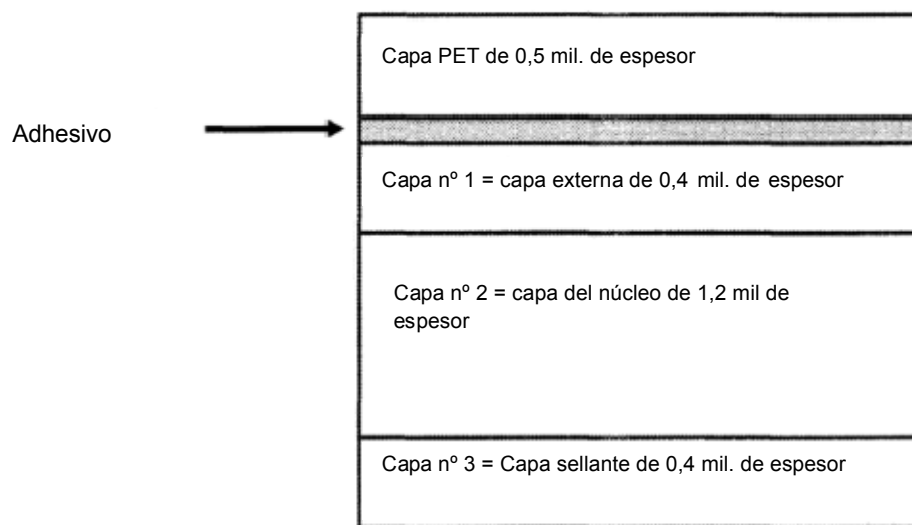


FIG. 2

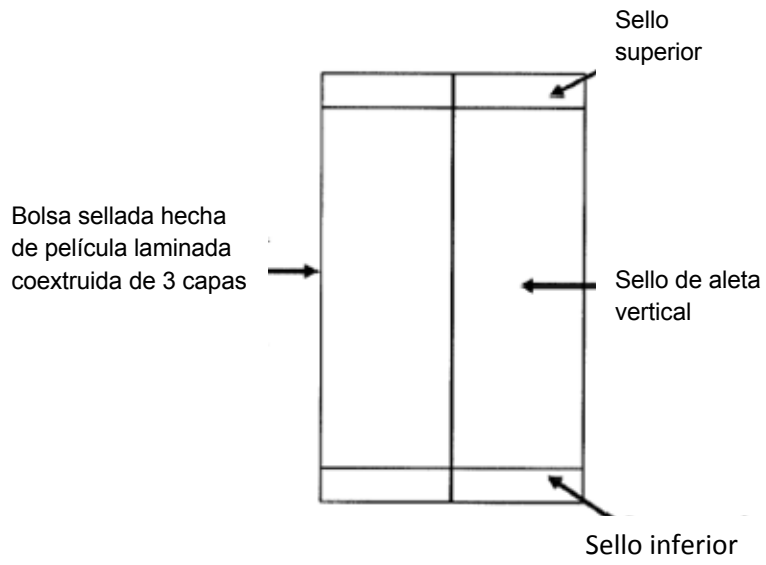


FIG. 3A

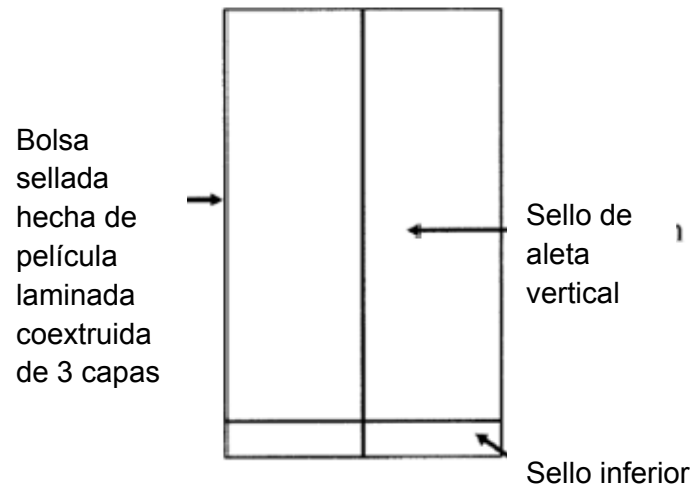


FIG. 3B

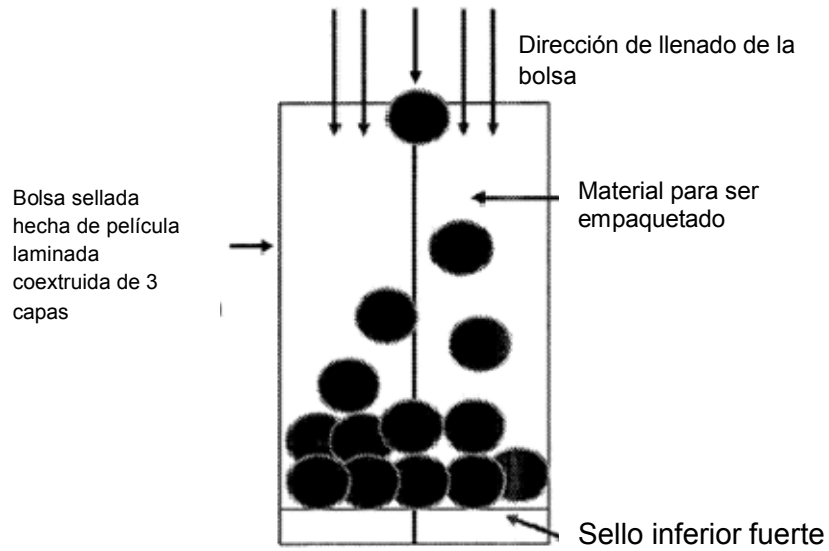


FIG. 3C

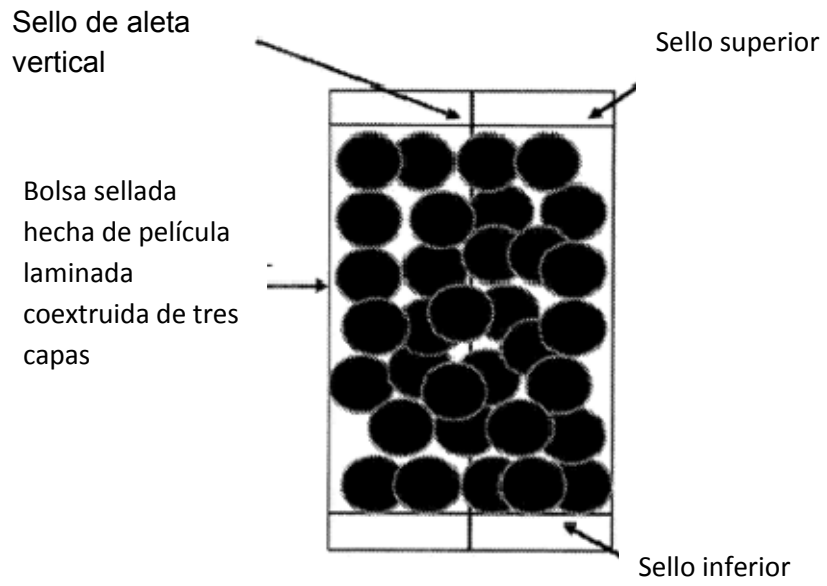
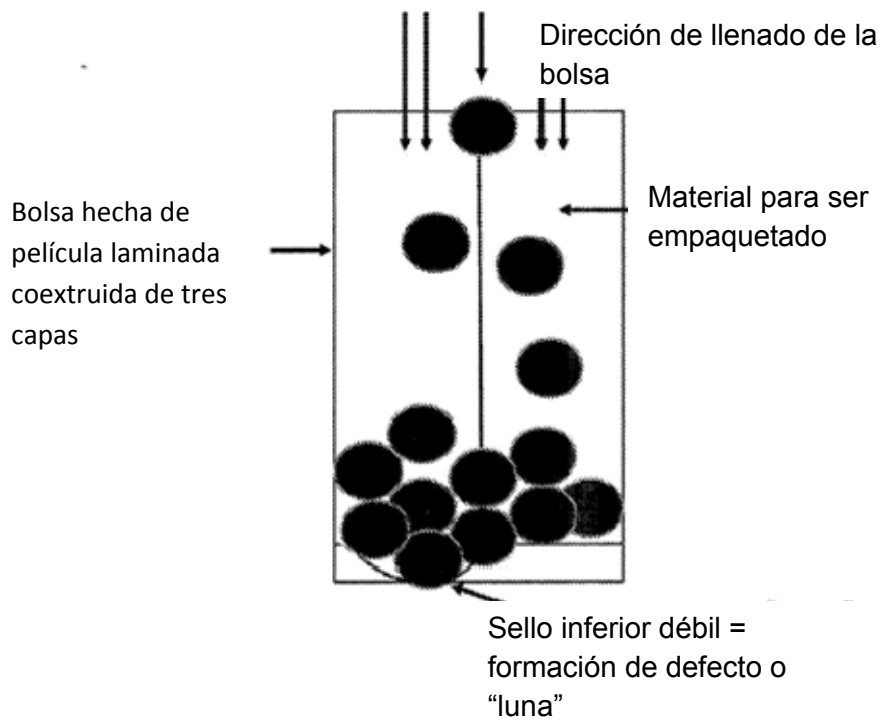


FIG. 4



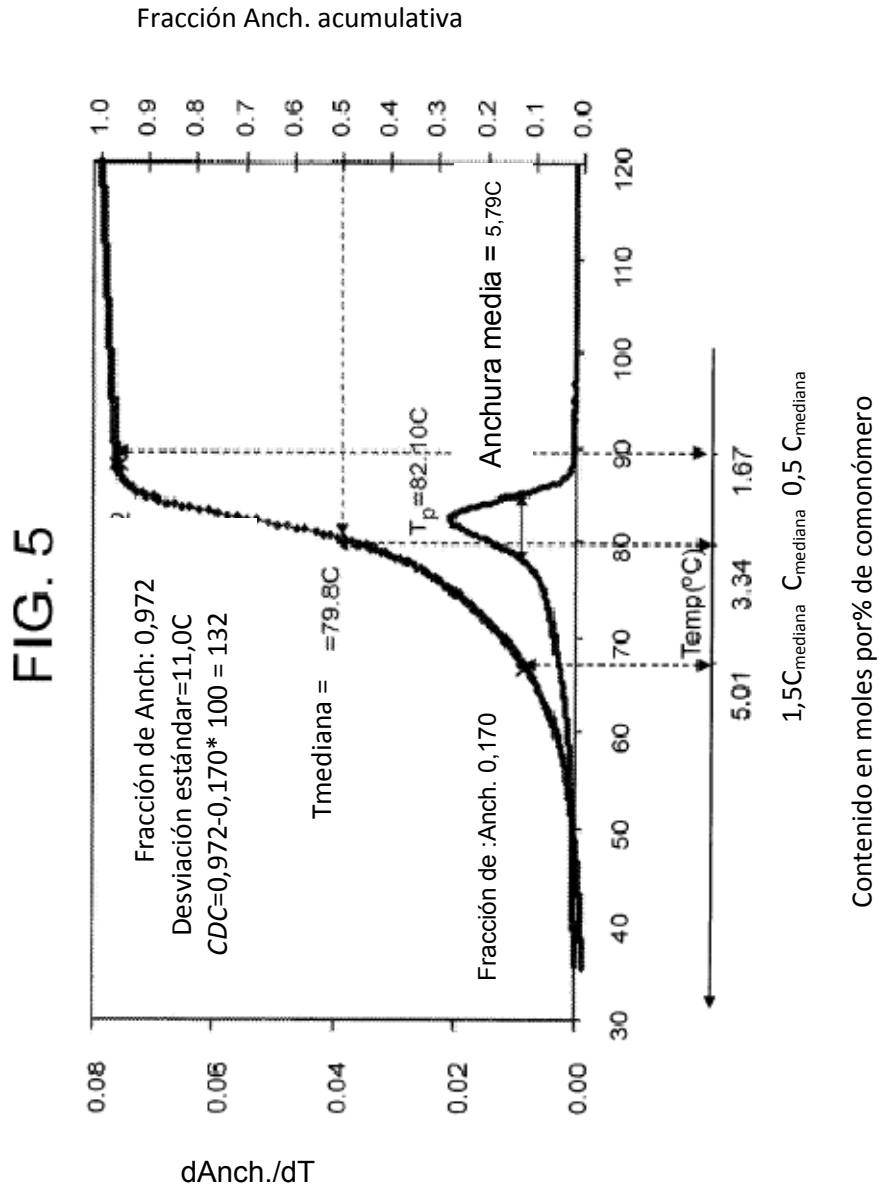


FIG. 6

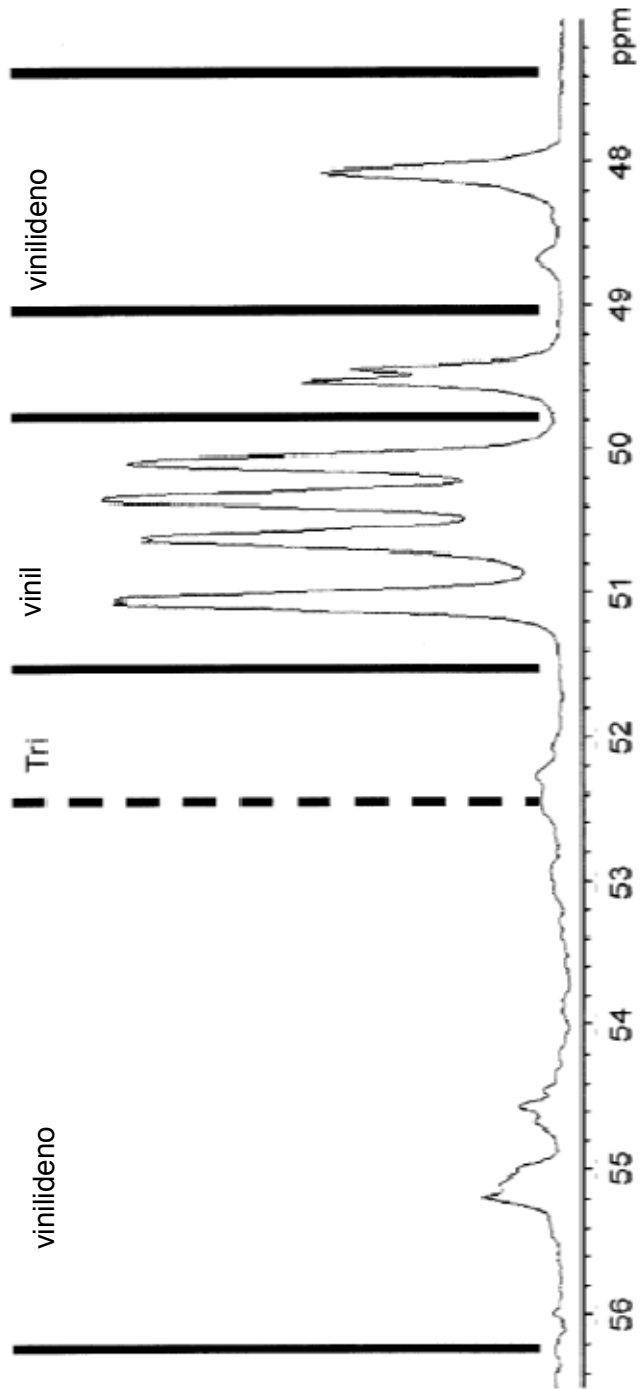


FIG. 7

;lcl prf2 _zz
prosod relations=<lcnmr>
#include <Avance.incl>
"d12=20u"
"d11=4u"
l ze
d12 pl21:f2
2 30m
d13
d12 pl9:f1
d1 cw:f1 ph29 cw:f2 ph29
d11 do:f1 do:f2
d12 pl1:f1
p1 ph1
go=2 ph31
30m mc #0 to 2 F0(zd)
exit
ph1=0 2 2 0 1 3 3 1
ph29=0
ph31=0 2 2 0 1 3 3 1

FIG. 8

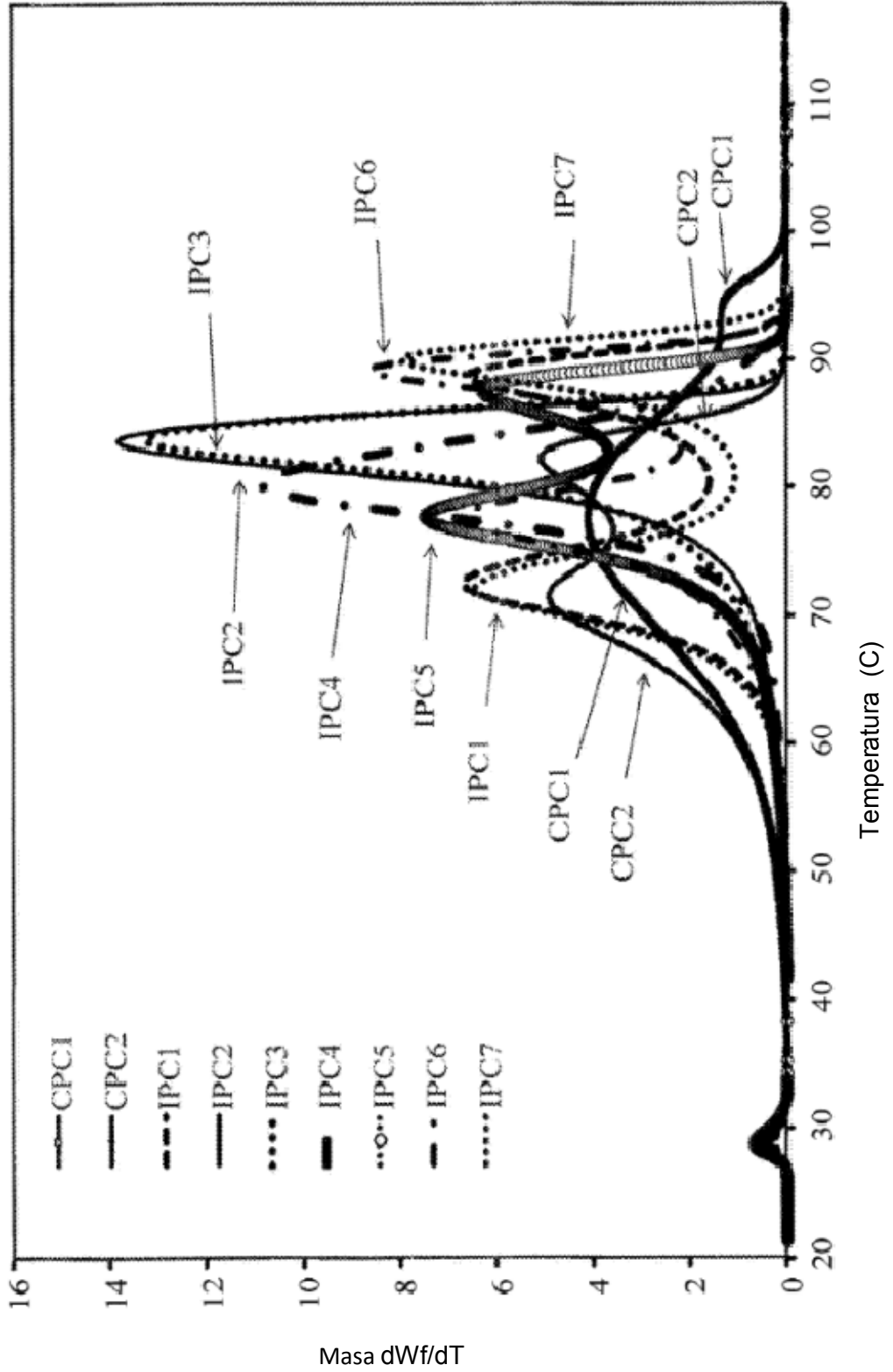


FIG. 9

