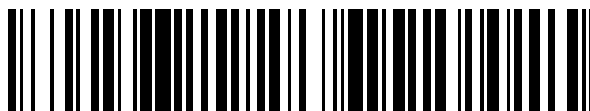


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 721 750**

51 Int. Cl.:

C08F 110/06 (2006.01)

C08J 5/22 (2006.01)

C08L 23/12 (2006.01)

C08F 210/06 (2006.01)

C08F 10/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.06.2011 E 16160184 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.03.2019 EP 3048120**

54 Título: **Artículo termoformado con alta rigidez y buena óptica**

30 Prioridad:

21.06.2010 US 819489

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

05.08.2019

73 Titular/es:

**W.R. GRACE & CO. - CONN. (100.0%)
7500 Grace Drive
Columbia, MD 21044, US**

72 Inventor/es:

**KAARTO, JOHN;
CHEN, LINFENG y
LEUNG, TAK W.**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 721 750 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

Artículo termoformado con alta rigidez y buena óptica

5 Antecedentes

La presente divulgación se refiere a composiciones y artículos que contienen un polímero basado en propileno y a procesos para producir el mismo.

10 La demanda a nivel mundial de polímeros basados en propileno continúa creciendo a medida que las aplicaciones para estos polímeros se vuelven más diversas y más sofisticadas. Se conocen composiciones de catalizador de Ziegler-Natta para la producción de polímeros basados en olefina. Las composiciones de catalizador de Ziegler-Natta incluyen por lo general un procatalizador que contiene un haluro de metal de transición (es decir, titanio, cromo, vanadio), un cocatalizador tal como un compuesto de organoaluminio, y opcionalmente un donador de electrones externo. Debido a la aparición permanente de nuevas aplicaciones para polímeros basados en propileno, 15 la técnica reconoce la necesidad de polímeros basados en propileno con propiedades mejoradas y variadas.

Sería deseable un polímero basado en propileno con una procesabilidad adecuada para operaciones de termoformación, teniendo el polímero basado en propileno buenas propiedades ópticas y buena rigidez.

20 Sumario

La presente divulgación se refiere a artículos termoformados basados en propileno y a procesos para producir los mismos. Las composiciones basadas en propileno se producen con una composición de catalizador que contiene un 25 diéster aromático de fenileno sustituido, que es un dibenzoato de 1,2-fenileno sustituido seleccionado entre el grupo que consiste en dibenzoato de 3-metil-5-terc-butil-1,2-fenileno y dibenzoato de 3,5-diisopropil-1,2-fenileno. La provisión del diéster aromático de fenileno sustituido proporciona un polímero basado en propileno con rigidez mejorada y propiedades ópticas mejoradas cuando se termoforma.

30 Por lo tanto, la presente invención proporciona un artículo termoformado que comprende: un polímero basado en propileno nucleado que comprende un dibenzoato de 1,2-fenileno sustituido seleccionado entre el grupo que consiste en dibenzoato de 3-metil-5-terc-butil-1,2-fenileno y dibenzoato de 3,5-diisopropil-1,2-fenileno; teniendo el artículo termoformado un valor de turbidez de un 1 % a un 10 % según se mide de acuerdo con la norma ASTM D 1003.

35 La presente invención también proporciona una taza termoformada que comprende: una pared lateral compuesta por un polímero basado en propileno nucleado que comprende un dibenzoato de 1,2-fenileno sustituido seleccionado entre el grupo que consiste en dibenzoato de 3-metil-5-terc-butil-1,2-fenileno y dibenzoato de 3,5-diisopropil-1,2-fenileno y que tiene un grosor de 127 μm a 381 μm (5 mils a 15 mils); y teniendo la pared lateral un valor de turbidez 40 de un 1 % a un 10 % según se mide de acuerdo con la norma ASTM D 1003.

Una ventaja de la presente divulgación es un artículo termoformado mejorado.

45 Una ventaja de la presente divulgación es un recipiente termoformado con rigidez mejorada, resistencia a la compresión de pared lateral mejorada, y propiedades ópticas excelentes (baja turbidez).

Una ventaja de la presente divulgación es una taza termoformada con resistencia a la compresión por una carga superior mejorada y/o resistencia a la compresión de pared lateral mejorada con óptica mejorada (baja turbidez) y buena procesabilidad.

50 Una ventaja de la presente divulgación es la provisión de un artículo termoformado exento de ftalato.

Una ventaja de la presente divulgación es la provisión de una taza termoformada exenta de ftalato preparada a partir de un homopolímero de propileno y adecuada para aplicaciones de contacto con alimentos.

55 Breve descripción de las figuras

La Figura 1 es una vista en perspectiva de un artículo termoformado de acuerdo con una realización de la presente divulgación.

60 La Figura 2 es una representación esquemática de un dispositivo de ensayo de compresión de pared lateral.

La Figura 3 es una representación esquemática de un dispositivo de ensayo de compresión por una carga superior.

65 Descripción detallada

La presente divulgación proporciona un artículo termoformado. En una realización adicional, el artículo termoformado

es un recipiente.

Un "artículo termoformado", como se usa en el presente documento, es una lámina termoplástica calentada al menos hasta su punto de ablandamiento y ajustada a lo largo de los contornos de un molde a presión (positiva y/o negativa). El artículo termoformado se retira a continuación del molde después de enfriarse por debajo de su punto de ablandamiento. Algunos ejemplos no limitantes de artículos termoformados incluyen bandejas, recipientes, y tazas.

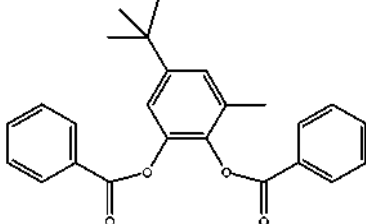
Un ejemplo no limitante de un proceso de termoformación para un recipiente comienza con una lámina o una película de material termoplástico. La lámina se produce por lo general usando una extrusora, un troquel de lámina, y una pila de tres rodillos de rodillos enfriadores. La lámina se puede bobinar en un rodillo o cortarse en las longitudes que se van a alimentar posteriormente a un termoformador. La lámina también se podría alimentar directamente en línea al termoformador. En el termoformador, la lámina termoplástica se calienta en un horno hasta una temperatura adecuada para la termoformación, es decir, esa temperatura puede ser inferior, aproximada, o superior al punto de fusión del material termoplástico dependiendo del proceso utilizado. La lámina/película calentada se alimenta (indexa) a continuación a una cavidad de molde y se forma en un artículo en condiciones que usan vacío y/o presión y opcionalmente asistencia (ayuda) mecánica. La cavidad del molde imparte la forma del recipiente a medida que el material plástico se estira en el molde y el molde también enfría el material a una temperatura considerablemente inferior al punto de fusión de un modo tal que el artículo se solidifique de forma adecuada para retener su forma después de la retirada del molde. El tiempo de procesamiento para una operación de termoformación está por lo general entre 3 y 10 segundos para un artículo tal como una taza, pero puede ser menor para artículos más pequeños/delgados, o mayor para la termoformación de láminas gruesas. Se pueden encontrar descripciones adicionales de la termoformación de polipropileno en el libro: "Polypropylene, The Definitive User's Guide and Databook" de Maier y Calafut, publicado por Plastics Design Library, 1998.

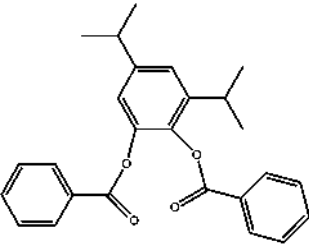
En una realización, el presente artículo termoformado está compuesto por un homopolímero de propileno. El homopolímero de propileno contiene un diéster aromático de fenileno sustituido (o "SPAD", u "homopolímero de propileno que contiene SPAD"). La presencia del diéster aromático de fenileno sustituido en el homopolímero de propileno es el resultado de polimerización por medio de una composición de catalizador única. La composición de catalizador que se usa para preparar el presente homopolímero de propileno incluye (i) una composición de procatalizador que es una combinación (o un producto de reacción) de un resto de magnesio, un resto de titanio y un donador de electrones interno, y (ii) un cocatalizador. El donador de electrones interno incluye un diéster aromático de fenileno sustituido. La composición de catalizador incluye opcionalmente un donador de electrones externo, y opcionalmente un agente limitador de actividad. Tales composiciones de catalizador y polímeros basados en propileno preparados a partir de los mismos se desvelan en el documento de Solicitud de Patente de Estados Unidos con número de serie 12/650.834, presentado el 31 de diciembre de 2009, el documento de Solicitud de Patente de Estados Unidos con número de serie 12/651.268, presentado el 31 de diciembre de 2009, y el documento de Solicitud de Patente de Estados Unidos con número de serie 12/650.617, presentado el 31 de diciembre de 2009.

El artículo termoplástico puede contener de 0,1 ppm a 100 ppm del diéster aromático de fenileno sustituido.

Los diésteres aromáticos de 1,2-fenileno sustituidos que pueden estar presentes en el polímero basado en propileno en el artículo termoformado de la presente invención se exponen a continuación en la Tabla 1.

Tabla 1

Compuesto	Estructura
dibenzoato de 3-metil-5-terc-butil-1,2-fenileno	

Compuesto	Estructura
dibenzoato de 3,5-diisopropil-1,2-fenileno	

El artículo termoformado de la invención tiene un valor de turbidez de un 1 % a un 10 %, o de un 1 % a un 6 %, o de un 4 % a un 6 % según se mide de acuerdo con la norma ASTM D 1003 (medida en placas termoformadas).

- 5 En una realización, el homopolímero de propileno tiene un módulo de flexión de 1793 MPa a 2551 MPa (260 kpsi a 370 kpsi), o aproximadamente 1862 MPa (270 kpsi) según se mide de acuerdo con la norma ASTM D 790.

En una realización, el homopolímero de propileno que contiene SPAD tiene un caudal en estado fundido (MFR) de 0,1 g/10 min a 20 g/10 min, o de 0,3 g/10 min a 5,0 g/10 min, o de 1,5 g/10 min a 4,0 g/10 min.

- 10 En una realización, el homopolímero de propileno que contiene SPAD tiene un contenido de compuestos solubles en xileno de un 0,5 % en peso a un 5 % en peso, o de un 1,0 % en peso a un 4 % en peso, o de un 1,5 % en peso a un 3,5 % en peso, o de un 2 % en peso a un 3 % en peso. El porcentaje en peso se basa en el peso total del homopolímero de propileno.

- 15 En una realización, el homopolímero de propileno que contiene SPAD tiene un índice de polidispersidad (PDI) de 4,0 a 10,0, o mayor de 5,0 a 10,0, o mayor de 5,0 a 8,0, o de 5,0 a 6,0.

- 20 El polímero basado en propileno que contiene SPAD en el artículo termoformado de la presente invención es un polímero basado en propileno nucleado. Como se usa en el presente documento, la "nucleación" es el proceso mediante el que se usan compuestos y composiciones para producir una cristalización más rápida y/o mayores temperaturas de cristalización del polímero. La nucleación es un procedimiento posterior al reactor mediante el que se mezcla un agente de nucleación (por lo general se mezcla en estado fundido) con el polímero basado en propileno. Como se usa en el presente documento, "agentes de nucleación" son compuestos que se utilizan para proporcionar sitios de nucleación para el crecimiento cristalino durante el enfriamiento de una formulación fundida de poliolefina. Los agentes de nucleación aumentan la velocidad a la que se producen los sucesos de nucleación, permitiendo a menudo una cristalización significativa a temperaturas mayores que las posibles en ausencia de tal agente. La nucleación aumenta la rigidez del polímero. Un "polímero basado en propileno nucleado" es un polímero que se ha sometido a nucleación. Sin el deseo de quedar unidos a ninguna teoría particular, se cree que la nucleación mejora las propiedades ópticas del homopolímero de propileno en comparación con el homopolímero de propileno desprovisto de un agente de nucleación.

- 25 Algunos ejemplos no limitantes de agentes de nucleación adecuados incluyen 1,3-O-2,4-bis(3,4-dimetilbenciliden) sorbitol (en lo sucesivo en el presente documento DMDBS), disponible en Milliken Chemical con el nombre comercial Millad® 3988, benzoato de sodio, 2,2'-metileno-bis-(4,6-di-terc-butilfenil) fosfato de sodio (de Asahi Denka Kogyo K.K., conocido como NA-11), bis[2,2'-metileno-bis-(4,6-di-terc-butilfenil)fosfato] de aluminio (también de Asahi Denka Kogyo K.K., conocido como NA-21), y talco.

- 40 En una realización, el polímero basado en propileno nucleado tiene un valor de turbidez que es al menos un 10 % menor que el valor de turbidez del homopolímero que contiene SPAD sin el agente de nucleación. En una realización, el agente de nucleación es NA-11.

- 45 La presente divulgación proporciona una taza termoformada. En una realización, se proporciona una taza termoformada 10 e incluye una pared inferior cerrada 12, y una parte superior abierta 14 en el extremo opuesto de la pared inferior cerrada 12, como se muestra en la Figura 1. Una pared lateral 16 se extiende entre la pared inferior cerrada 12 y la parte superior abierta 14 y define la altura H de la taza termoformada 10. El diámetro de la pared lateral 16 puede ser constante o puede ser variable a lo largo de la altura H.

- 50 La taza termoformada 10 se puede formar para que tenga un volumen deseado. Algunos ejemplos no limitantes de volúmenes de taza adecuados varían de 59,15 ml (2 onzas) a 709,76 ml (24 onzas), o 946,35 ml (32 onzas) o incluso 1892,71 ml (64 onzas) y cualquier valor entre los mismos. La taza 10 tiene una masa de 5 gramos a 25 gramos. En una realización, la taza 10 es una taza de 591,47 ml (20 onzas) con una masa de 11 gramos.

En una realización, la taza 10 tiene una altura H de 146 mm (5 3/4 pulgadas), la pared inferior 12 tiene una longitud

de 58,7 mm (2 5/16 pulgadas), y la parte superior abierta 14 tiene una longitud de 98,4 mm (3 7/8 pulgadas), y una pared lateral 16 con una longitud de 112,7 mm (4 7/16 pulgadas).

5 La pared lateral 16 tiene un grosor de 127 μm (micrómetros) (5 mils) a 381 μm (micrómetros) (15 mils) o de 178 μm (micrómetros) (7 mils) a 254 μm (micrómetros) (10 mils). La pared lateral 16 tiene un valor de turbidez de un 1 % a un 10 %, o de un 1 % a un 6 %, o de un 4 % a un 6 %. La pared lateral 16 tiene un valor de compresión de pared lateral de 16,7 N (3,75 lbf) a 17,1 N (3,85 lbf), o 16,8 N (3,77 lbf).

10 En una realización, la taza termoformada 10 está compuesta por cualquier homopolímero de propileno que contiene SPAD nucleado que se ha desvelado anteriormente.

En una realización, la taza termoformada de 591,47 ml (20 onzas), y 11 gramos que se describe tiene una resistencia a la compresión por una carga superior de 311,4 N (70 lbf) a 333,6 N (75 lbf) o 320,3 N (72 lbf).

15 El solicitante ha descubierto sorprendentemente que un homopolímero de propileno que contiene un diéster aromático de fenileno sustituido proporciona inesperadamente artículos termoformados, y en particular recipientes termoformados, con una combinación deseable de alta rigidez y excelente óptica (turbidez de un 1 %-6 %). El presente homopolímero de propileno que contiene SPAD también tiene un PDI (5,0-10,0) adecuado para aplicaciones de termoformación.

20 Por lo general, se requiere un comonomero de α -olefina (tal como etileno) para proporcionar un polímero basado en propileno con baja turbidez. El solicitante ha descubierto inesperadamente que se pueden obtener artículos termoformados con alta rigidez y baja turbidez con un homopolímero de propileno por medio del homopolímero de propileno que contiene SPAD. Inesperadamente, el homopolímero de propileno hecho con el catalizador que contiene SPAD exhibe un valor de turbidez menor (aproximadamente un 18 % menor) que el copolímero de propileno/etileno hecho con el mismo catalizador que contiene SPAD (compare S1 y S2 en la Tabla 3).

25 El presente homopolímero de propileno que contiene SPAD aumenta de ese modo la eficacia de producción al disminuir el coste de materiales de partida evitando la necesidad de un copolímero de propileno/ α -olefina más caro, y evitando en particular un copolímero de propileno/etileno.

30 En una realización, cualquiera de los artículos termoformados anteriores está exento de ftalato o está vacío o desprovisto de otro modo de ftalato y/o derivados de ftalato.

35 En una realización, cualquiera de los artículos termoformados anteriores es adecuado para aplicaciones en contacto con alimentos.

40 Cualquiera de los artículos termoformados anteriores puede incluir uno o más de los siguientes aditivos: antioxidantes, antiestáticos, antiácidos, estabilizantes, lubricantes, agentes de liberación de molde, absorbentes/estabilizantes de ultravioleta, colorantes, pigmentos, antifúngicos, agentes antimicrobianos, adyuvantes de procesamiento, ceras, agentes de deslizamiento, y cualquier combinación de los anteriores.

45 Los presentes artículo termoformado, recipiente termoformado y/o tazas termoformadas pueden comprender dos o más realizaciones desveladas en el presente documento.

Definiciones

50 Todas las referencias a la tabla periódica de los elementos que se hacen en el presente documento se referirán a la tabla periódica de los elementos publicada y con derechos de autor de CRC Press, Inc., 2003. Además, cualquier referencia a un grupo o grupos será al grupo o grupos reflejados en esta tabla periódica de elementos usando el sistema IUPAC para la numeración de grupos. A menos que se indique lo contrario, esté implícito en el contexto, o sea habitual en la técnica, todas las partes y porcentajes se basan en peso.

55 Cualquier intervalo enumerado en el presente documento incluye todos los valores desde el valor inferior al valor superior, en incrementos de una unidad, siempre que exista una separación de al menos 2 unidades entre cualquier valor inferior y cualquier valor superior. A modo de ejemplo, si se indica que la cantidad de un componente, o un valor de una composición o una propiedad física, tal como, por ejemplo, una cantidad de un componente de mezcla, una temperatura de ablandamiento, un índice en estado fundido, etc., está entre 1 y 100, se entiende que todos los valores individuales, tales como 1, 2, 3, etc., y todos los subintervalos, tales como de 1 a 20, de 55 a 70, de 197 a 100, etc., se enumeran expresamente en la presente memoria descriptiva. Para valores que son menores que uno, una unidad se considera que es 0,0001, 0,001, 0,01 o 0,1, según sea apropiado. Estos solo son ejemplos de lo que se pretende específicamente, y se ha de considerar que todas las posibles combinaciones de intervalos numéricos entre el valor más bajo y el valor más alto enumerados se indican expresamente en la presente solicitud. En otras palabras, cualquier valor numérico enumerado en el presente documento incluye cualquier valor o subintervalo dentro del intervalo indicado. Se han enumerado intervalos numéricos, como se discute en el presente documento, referidos al índice en estado fundido, el caudal en estado fundido, y otras propiedades.

El término "mezcla" o la expresión "mezcla de polímeros", como se usan en el presente documento, son una mezcla de dos o más polímeros. Tal mezcla puede ser o no ser miscible (no se separan las fases a nivel molecular). Tal mezcla puede tener o no tener fases separadas. Tal mezcla puede contener o no contener una o más configuraciones de dominio, según se determina a partir de espectroscopía electrónica de transmisión, dispersión de luz, dispersión de rayos X, u otros métodos conocidos en la técnica.

El término "composición", como se usa en el presente documento, incluye una mezcla de materiales que comprende la composición, así como los productos de reacción y los productos de descomposición formados a partir de los materiales de la composición.

El término "comprender", y los derivados del mismo, no se pretende que excluya la presencia de cualquier componente, etapa o procedimiento adicional, tanto si el mismo se desvela en el presente documento como si no. Con el fin de evitar cualquier duda, todas las composiciones que se reivindican en el presente documento a través del uso del término "comprender" pueden incluir cualquier aditivo, adyuvante o compuesto adicional ya sea polimérico o de otro tipo, a menos que se indique lo contrario. Por el contrario, la expresión "consistir básicamente en" excluye del ámbito de cualquier enumeración sucesiva cualquier otro componente, etapa o procedimiento, exceptuando los que no son esenciales para la operabilidad. La expresión "consistir en" excluye cualquier componente, etapa o procedimiento no definido o enumerado específicamente. El término "o", a menos que se indique de otro modo, se refiere a los miembros enumerados individualmente así como en cualquier combinación.

La expresión "polímero basado en olefina" es un polímero que contiene, en forma polimerizada, un porcentaje en peso mayoritario de una olefina, por ejemplo etileno o propileno, basado en el peso total del polímero. Algunos ejemplos no limitantes de polímeros basados en olefina incluyen polímeros basados en etileno y polímeros basados en propileno.

El término "polímero" es un compuesto macromolecular preparado mediante la polimerización de monómeros del mismo o diferente tipo. "Polímero" incluye homopolímeros, copolímeros, terpolímeros, interpolímeros, etc. El término "interpolímero" significa un polímero preparado mediante la polimerización de al menos dos tipos de monómeros o comonómeros. Incluye, pero no se limita a, copolímeros (que habitualmente se refiere a polímeros preparados a partir de dos tipos diferentes de monómeros o comonómeros), terpolímeros (que habitualmente se refiere a polímeros preparados a partir de tres tipos diferentes de monómeros o comonómeros), y tetrapolímeros (que habitualmente se refiere a polímeros preparados a partir de cuatro tipos diferentes de monómeros o comonómeros).

La expresión "polímero basado en propileno", como se usa en el presente documento, se refiere a un polímero que comprende un porcentaje en peso mayoritario de monómero de propileno polimerizado (basado en el peso total de los monómeros polimerizables), y opcionalmente puede comprender al menos un comonómero polimerizado.

MÉTODOS DE ENSAYO

La caracterización por RMN ^{13}C (contenido de etileno) se lleva a cabo como sigue a continuación:

Preparación de la muestra

Las muestras se preparan por adición de aproximadamente 2,7 g de una mezcla 50/50 de tetracloroetano- d_2 /ortodichlorobenceno que contiene $\text{Cr}(\text{AcAc})_3$ 0,025 M a 0,20 g de muestra en un tubo de RMN de 10 mm Norell 1001-7. Las muestras se disuelven y se homogeneizan por calentamiento del tubo y sus contenidos a 150 °C usando un bloque de calentamiento y una pistola calentadora. Cada muestra se inspecciona visualmente para asegurar la homogeneidad.

Parámetros de adquisición de datos

Los datos se recogen usando un espectrómetro Bruker 400 MHz equipado con una sonda de alta temperatura CryoProbe Bruker Dual DUL. Los datos se adquieren usando 1280 tránsitos por archivo de datos, un retraso de repetición de pulso de 6 s, ángulos de inclinación de 90 grados, y desacoplamiento de control inverso con una temperatura de muestra de 120 °C. Todas las mediciones se realizan en muestras no giratorias en modo fijo. Se deja que se equilibren térmicamente las muestras durante 7 minutos antes de la adquisición de datos.

El modelo de flexión se determina de acuerdo con la norma ASTM D790-00 Método 1, usando una muestra de ASTM D 638 sometida a ensayo a 1,3 mm/min.

La isotacticidad se mide usando un espectrómetro Bruker 400 MHz equipado con una sonda de alta temperatura CryoProbe Bruker Dual DUL. Los datos se adquieren usando 320 tránsitos por archivo de datos, un retraso de repetición de pulso de 6 s (4,7 s de retraso + 1,3 s de tiempo de adquisición), ángulos de inclinación de 90 grados, y desacoplamiento de control inverso con una temperatura de muestra de 120 °C. Todas las mediciones se realizan en muestras no giratorias en modo fijo. Las muestras se homogeneizan inmediatamente antes de la inserción en el cambiador de muestras de RMN calentado (125 °C), y se deja que se equilibren térmicamente en la sonda durante 7

ES 2 721 750 T3

minutos antes de la adquisición de datos. Los desplazamientos químicos de se referencian internamente al quintuplete isotáctico mmmm a 21,90 ppm.

La resistencia al impacto de Izod se mide de acuerdo con la norma ASTM D 256.

5 El caudal en estado fundido (MFR) se mide de acuerdo con el método de ensayo de la norma ASTM D 1238-01 a 230 °C con un peso de 2,16 kg para polímeros basados en propileno.

10 El índice de polidispersidad (PDI) se mide usando un reómetro de cono y placa Rheometrics 800 de TA Instruments, operado a 180 °C, usando el método de Ziechner y Patel, (1981) "A Comprehensive Study of Polypropylene Melt Rheology" Proc. of the 2nd World Congress of Chemical Eng., Montreal, Canadá. En este método, se determina el módulo transversal, y el PDI se define como 100.000/módulo transversal (en Pascales).

15 La resistencia a la compresión de pared lateral se mide en tazas termoformadas de 591,47 ml (20 onzas) con un grosor de pared lateral de 178-254 µm (micrómetros) (7-10 mil), y una longitud de pared lateral de 112,7 mm (4 7/16 pulgadas) usando un equipo Instron 5500 con una celda de carga capaz de medir de 0 a 44,5 N (0 a 10 libras de fuerza) con un desplazamiento de 0 a 2,54 cm (0-1 pulgada) y de acuerdo con el siguiente procedimiento.

20 Etapa 1 Todos los ensayos se procesan a 22,8 °C (73 °F), y una humedad de un 50 %.

Etapa 2 Instalar el elemento apropiado para el equipo Instron asociado al ensayo de compresión de pared lateral. Véase la Figura 2.

25 Etapa 3 Medir la longitud de la taza.

Etapa 4 Ajustar el soporte superior de la taza en la unidad inferior (3) de un modo tal que el elemento (2) de compresión de pared lateral impacte en la taza a 1/3 de la longitud de la taza (esto simula la ubicación de la sujeción humana habitual).

30 Etapa 5 Ajustar el elemento de compresión usando la unidad de control de Instron para bajar el elemento a 0,16 cm (1/16") de tocar la taza.

35 Etapa 6 Usar la compresión de pared lateral, Método 19, del programa del equipo Instron Series IX. Esto ajusta la velocidad de compresión a 25,4 cm/min (10 in/min), y especifica una carrera de compresión total de 5,08 cm (2 pulgadas).

Etapa 7 Cargar la taza en el elemento de compresión de pared lateral de un modo tal que la taza se descargue frente al soporte de la parte superior de la unidad inferior (3).

40 Etapa 8 Pulsar el inicio de ensayo, y asegurar que no haya ningún contacto entre el elemento de soporte (1) y el elemento de compresión (2). Véase la Figura 2. Detener el ensayo inmediatamente si el contacto es inminente.

Etapa 9 Retirar la muestra del elemento y devolver el elemento superior a su posición ajustada.

45 Etapa 10 Repetir las etapas 8-10 tantas veces como se requiera en el montaje.

Etapa 11 Pulsar finalizar la muestra para exportar e imprimir los datos.

50 Etapa 12 Se usa la curva de la carga frente al desplazamiento del equipo Instron para generar todos los resultados del ensayo. Estos incluyen el desplazamiento para carga máxima, carga a 0,64 cm, 1,27 cm, 2,54 cm, y 5,08 cm (0,25 in, 0,5 in, 1 in, y 2 in).

55 La resistencia a la compresión por una carga superior se mide en tazas termoformadas de 591,47 ml (20 onzas) con un grosor de pared lateral de 178-254 µm (micrómetros) (7-10 mil), y una longitud de pared lateral de 112,7 mm (4 7/16 pulgadas) usando un equipo Instron 5500 con una celda de carga capaz de medir de 0 a 44,5 N (0 a 10 libras de fuerza) con un desplazamiento de 0 a 2,54 cm (0-1 pulgada) y de acuerdo con el siguiente procedimiento.

Etapa 1 Todos los ensayos se procesan a 22,8 °C (73 °F), y una humedad de un 50 %.

60 Etapa 2 Instalar el elemento apropiado para el equipo Instron asociado al ensayo de compresión de taza por una carga superior. Véase la Figura 3

65 Etapa 3 Usar el Método 19, "Ensayo de aplastamiento de taza", del programa del equipo Instron Series IX. Esto ajusta la velocidad de compresión a 12,7 cm/min (5 in/min), y especifica una carrera de compresión total de 2,54 cm (1 pulgada).

Etapa 4 Medir la longitud de la taza.

Etapa 5 Cargar la taza entre los dos elementos de compresión.

5 Etapa 6 Ajustar el elemento de compresión usando la unidad de control de Instron para bajar el elemento a 0,16 cm (1/16") de tocar la taza.

10 Etapa 7 Pulsar el inicio de ensayo, y asegurar que no haya ningún contacto entre el elemento de soporte (1) y el elemento de compresión (2). Véase la Figura 3. Detener el ensayo inmediatamente si el contacto es inminente.

Etapa 8 Retirar la muestra del elemento y devolver el elemento superior a su posición ajustada, mediante el uso del botón de retorno en el controlador del marco.

15 Etapa 9 Repetir las etapas 6-9 tantas veces como se requiera en el montaje.

Etapa 10 Pulsar finalizar la muestra para exportar e imprimir los datos.

20 Etapa 11 Se usa la curva de la carga frente al desplazamiento del equipo Instron para generar todos los resultados del ensayo. Estos incluyen la carga máxima, el desplazamiento en la carga máxima, la energía en la ruptura, la carga a 1,27 cm (0,5 pulgadas), y la carga en la fluencia inicial.

25 Las sustancias solubles en xileno (XS) se miden de acuerdo con el siguiente procedimiento: se disuelven 0,4 g de polímero en 20 ml de xileno con agitación a 130 °C durante 30 minutos. La solución se enfría a continuación a 25 °C y después de 30 minutos se retira por filtración la fracción de polímero insoluble. El filtrado resultante se analiza mediante análisis de polímero por inyección de flujo usando una columna Viscotek Viscogel H-100-3078 con una fase móvil de THF que fluye a 1,0 ml/min. La columna se acopla a un conjunto detector triple Viscotek Modelo 302, con dispersión de luz, viscosímetro y detectores de refractómetro que operan a 45 °C. La calibración del instrumento se mantuvo con patrones de poliestireno Viscotek PolyCAL™.

30 A modo de ejemplo y no de limitación, a continuación se proporcionarán ejemplos de la presente divulgación.

Ejemplos

35 Se mezclan cinco polímeros basados en propileno (tres muestras comparativas CS1, CS2, CS3, y dos muestras, S1-S2) con uno o más de los siguientes aditivos mostrados en la Tabla 2.

Tabla 2

Aditivo	Abreviatura
Antiácido DHT-4A	DHT-4A
Antioxidante Irganox 1010	1010
Antioxidante Irganox 168	168
Agente de nucleación NA-11	NA-11
Agente de clarificación NA-21	NA-21
Estearato de calcio	CaSt

40 Las propiedades para cada polímero basado en propileno se proporcionan en la Tabla 3. La cantidad de aditivo en la Tabla 3 es en ppm.

45 Cada uno de los cinco polímeros basados en propileno (CS1-CS3 y S1-S2) se termoforma en una taza de 591,47 ml (20 onzas) con un grosor de pared lateral de 178 µm (micrómetros) a 254 µm (micrómetros) (7 mil a 10 mil) en las condiciones de termoformación que siguen a continuación.

50 Las tazas se producen en una línea de termoformación OMV Modelo F25 equipada con un molde de taza de cavidad individual de 591,47 ml (20 oz.) El tiempo de ciclo para el F25 es aproximadamente 3 segundos (17-18 golpes/min), y la temperatura del molde es de 16-20 °C. El F25 tiene un asistente de presión en la parte superior y vacío en la parte inferior. La extrusora se opera en puntos temporales que formaron una rampa de 185 °C a 215 °C. El adaptador, la bomba de engranajes y las zonas entre la extrusora y el troquel se ajustan a 215 °C. El troquel de lámina de 5 zonas se ajusta a 190/205/205/205/190 °C de lado a lado. Los rodillos de enfriamiento se ajustan a 80/90/70 °C para el superior/medio/inferior y la lámina se alimenta en modo de S hacia abajo. La velocidad de la lámina fue de 4,1 a 4,2 m/min.

ES 2 721 750 T3

Para todos los procesos, la temperatura de la lámina en el horno es aproximadamente 74 °C (165 °F) en la superficie y se estima que es de 87 a 88 °C (188-190 °F) en el núcleo de la lámina dado que esta es una línea de termoformación en línea y el calor residual se transmite desde la extrusión de la lámina.

- 5 Las propiedades de las tazas termoformadas se proporcionan en la Tabla 3.

Tabla 3

Muestra n.º	Catalizador	EED	MFR	PDI	XS	Et	DHT4A	1010	168	NA-11	NA-21	CaSt	Turbidez	SW	TL	Izod	1 %	Tensión	Deformación
CS1	Basell Avant	C	1,9	3,94	3,70	0,60	300	1000	1000	830	0	0	6,10	13,4 (3,02)	254,7 (57,25)	0,17 (0,97)	1358,60 (197048)	35,11 (5092)	9,9
CS2	LER SHAC 320	D	3,0	4,45	1,60	0,62	0	500	1000	0	1300	600	6,89	16,7 (3,75)	351,4 (79,00)	0,07 (0,4)	1837,78 (266547)	40,75 (5910)	6,8
CS3	PP SHAC 320	D	2,1	4,14	0,90	0,00	350	500	1000	800	0	0	7,40	17,2 (3,86)	300,0 (67,45)	0,10 (0,59)	2105,82 (305424)	40,19 (5829)	5,3
S1	PP ZN-SPAD	4500	1,7	5,43	2,20	0,00	300	1000	1000	830	0	0	5,40	16,8 (3,77)	319,9 (71,92)	0,11 (0,604)	1924,00 (279052)	40,87 (5928,4)	5
S2	LER ZN-SPAD	4500	1,7	5,55	3,20	0,64	300	1000	1000	830	0	0	6,40	14,9 (3,34)	315,1 (70,84)	0,12 (0,66)	1687,04 (244684)	38,51 (5586)	7,6

1 % = Módulo secante al 1 % según la norma ASTM D 790 (MPa (psi))

4500 = ADT4500 disponible en The Dow Chemical Company

C = Metilciclohexilmetoxisilano

CaSt = Estearato de calcio

D = Diciclohexilmetoxisilano

EED = Donador de electrones externo

Et = Contenido de etileno (% en peso)

Turbidez = Norma ASTM D 1003 (%)

Izod = Norma ASTM D 256A (N/mm (ft-lb/in))

LER = Etileno bajo aleatorio (minialeatorio)

MFR = Caudal en estado fundido según la norma ASTM D 1238 (230C, 2, 16 kg)

PP = Homopolímero de propileno

SHAC 320 es un catalizador de Ziegler-Natta disponible en The Dow Chemical Company

Deformación = Deformación de tracción en fluencia según la norma ASTM D 638 (%)

Tensión = Tensión de tracción en fluencia según la norma ASTM D 638 (MPa (psi))

SW = Compresión de pared lateral (N (lbf))

TL = Compresión por una carga superior (N (lbf))

ZN-SPAD = catalizador de Ziegler-Natta con SPAD (dibenzoato de 3-metil-5-terc-butil-1,2 fenileno)

ES 2 721 750 T3

S1 se termoforma a partir de un homopolímero de propileno que contiene SPAD, y exhibe una combinación inesperada de baja turbidez (menos de un 6 %), buena resistencia a la compresión por una carga superior (mayor de 311,4 N (70 lbf)), y buena resistencia a la compresión de pared lateral (mayor de 15,6 N (3,5 lbf)).

REIVINDICACIONES

1. Un artículo termoformado que comprende:
 - 5 un polímero basado en propileno nucleado que comprende un dibenzoato de 1,2-fenileno sustituido seleccionado entre el grupo que consiste en dibenzoato de 3-metil-5-terc-butil-1,2-fenileno y dibenzoato de 3,5-diisopropil-1,2-fenileno;
teniendo el artículo termoformado un valor de turbidez de un 1 % a un 10 % según se mide de acuerdo con la norma ASTM D 1003.
 - 10 2. El artículo de la reivindicación 1 en el que el polímero basado en propileno nucleado tiene un módulo de flexión de 1793 MPa a 2551 MPa (260 kpsi a 370 kpsi) según se mide de acuerdo con la norma ASTM D 790.
 - 15 3. El artículo de la reivindicación 1 en el que el polímero basado en propileno tiene un índice de polidispersidad de más de 5,0 a 10,0.
 4. El artículo de la reivindicación 1 que comprende de 0,1 ppm a 100 ppm de dibenzoato de 1,2-fenileno.
 5. El artículo de la reivindicación 1 en el que el artículo es un recipiente.
 - 20 6. Una taza termoformada que comprende:
 - 25 una pared lateral compuesta por un polímero basado en propileno nucleado que comprende un dibenzoato de 1,2-fenileno sustituido seleccionado entre el grupo que consiste en dibenzoato de 3-metil-5-terc-butil-1,2-fenileno y dibenzoato de 3,5-diisopropil-1,2-fenileno y que tiene un grosor de 127 µm a 381 µm (5 mils a 15 mils); y
teniendo la pared lateral un valor de turbidez de un 1 % a un 10 % según se mide de acuerdo con la norma ASTM D 1003.
 - 30 7. La taza termoformada de la reivindicación 6 que comprende de 0,1 ppm a 100 ppm de dibenzoato de 1,2-fenileno.
 8. La taza termoformada de la reivindicación 6 en la que el polímero basado en propileno nucleado tiene un módulo de flexión de 1793 MPa a 2551 MPa (260 kpsi a 370 kpsi) según se mide de acuerdo con la norma ASTM D 790.
 - 35 9. La taza termoformada de la reivindicación 6 que tiene una resistencia a la compresión por una carga superior de 311,4 N a 333,6 N (70 lbf a 75 lbf).
 10. La taza termoformada de la reivindicación 6 en la que la pared lateral tiene un valor de turbidez de un 4 % a un 6 %.

FIG. 1

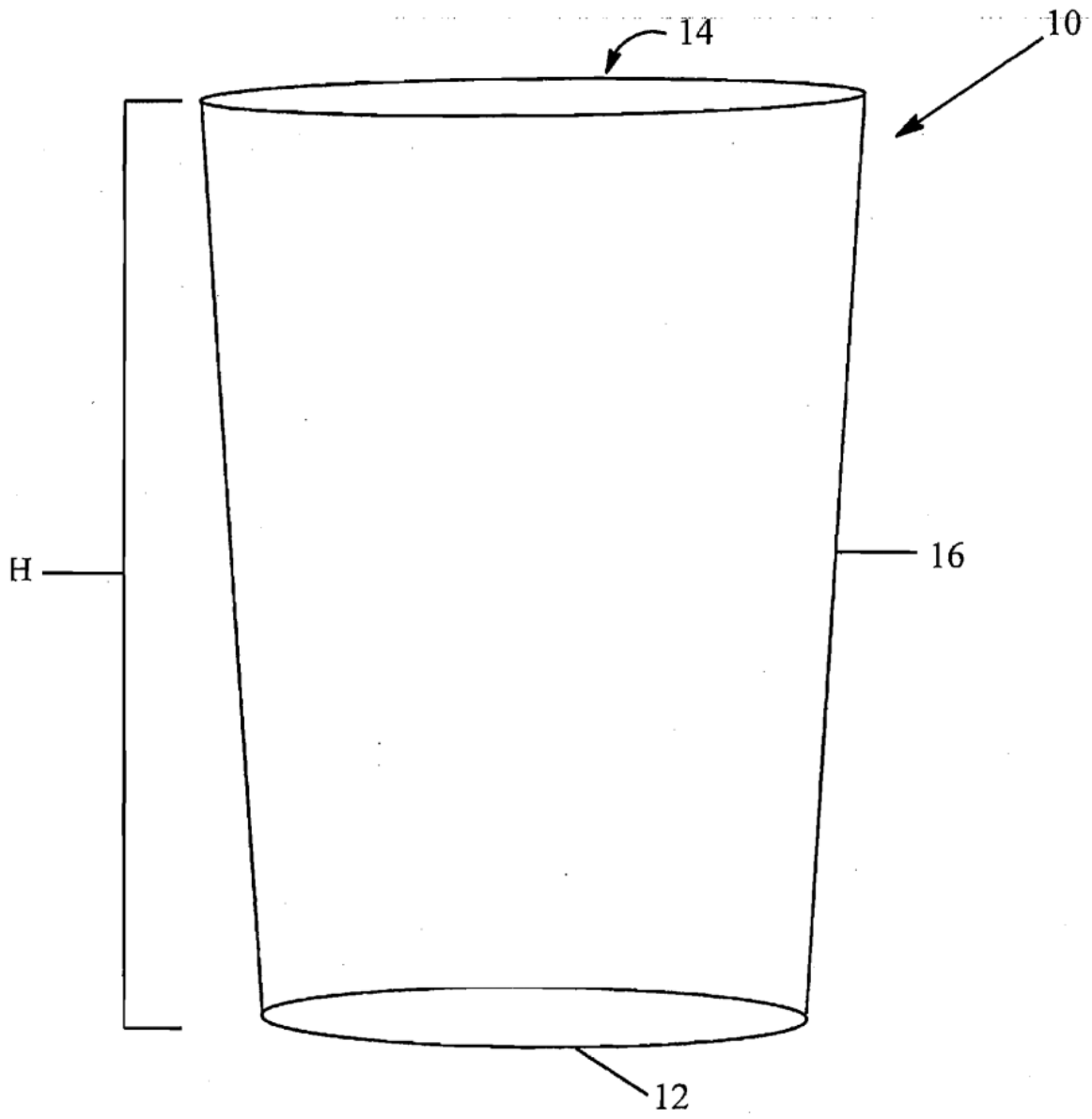


FIG. 2

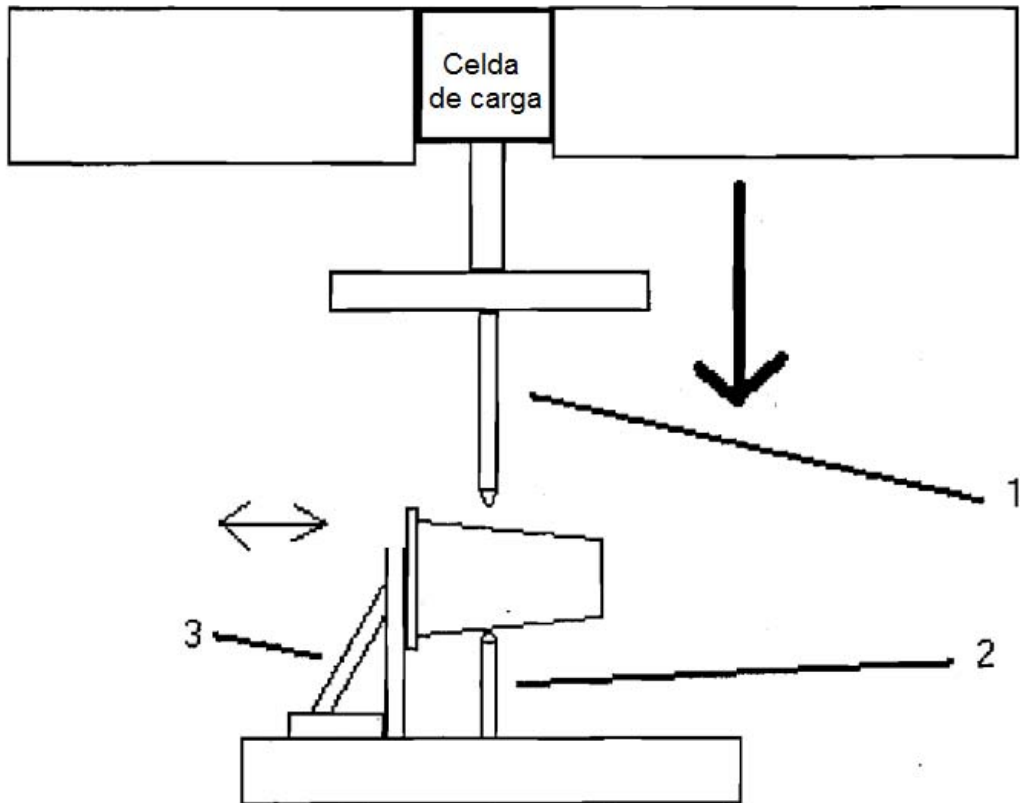


FIG 3

