

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 726 128**

51 Int. Cl.:

C08L 23/06 (2006.01)

C08L 23/02 (2006.01)

C08L 23/10 (2006.01)

C08L 23/04 (2006.01)

C08J 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.08.2013 PCT/US2013/054105**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.02.2014 WO14025982**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.08.2013 E 13828293 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.03.2019 EP 2882803**

54 Título: **Composiciones de poliolefinas y artículos fabricados a partir de estas**

30 Prioridad:

10.08.2012 US 201261682053 P

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

01.10.2019

73 Titular/es:

EQUISTAR CHEMICALS LP (50.0%)

**1221 Mckinney, Suite 700, Lyondellbasell Tower
Houston, TX 77010, US y**

BASELL POLIOLEFINE ITALIA S.R.L. (50.0%)

72 Inventor/es:

CECCARANI, FABIO y

GOBERTI, PAOLO

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 726 128 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

Composiciones de poliolefinas y artículos fabricados a partir de estas.

Referencia cruzada a solicitudes relacionadas

5 La presente solicitud reivindica el beneficio de prioridad de la solicitud provisional de los Estados Unidos No. 61/682,053 presentada el 10 de agosto de 2012.

Campo de la invención

10 La presente invención se refiere a una composición de poliolefina. Más particularmente, se refiere a una composición de poliolefina para su uso en la preparación de láminas, cuya composición comprende un polímero de olefina termoplástica y un polietileno de media densidad o alta densidad. La composición de poliolefina es particularmente útil para preparar geomembranas.

Antecedentes

15 El polietileno de media densidad (MDPE) y el polietileno de alta densidad (HDPE) son ampliamente utilizados en aplicaciones de geomembranas a base de poliolefinas. Estas composiciones de poliolefina son relativamente menos costosas. Tienen buen equilibrio de propiedad física, resistencia química y desempeño sobre desgaste ultravioleta (UV). Se procesan fácilmente en procesos de extrusión de película soplada y troquelado plano.

Sin embargo, a menudo se desea una mejora en ciertas propiedades físicas. Dichas propiedades incluyen flexibilidad, resistencia al impacto, estabilidad dimensional, resistencia a la fractura por estrés ambiental (ESCR) y resistencia a la temperatura. Notablemente, las geomembranas preparadas con MDPE o HDPE tienden a carecer de flexibilidad y resistencia al impacto, especialmente en aplicaciones en clima frío o ambiente frío.

20 Las composiciones de polímero elastoplástico altamente flexible proporcionan una alternativa efectiva al MDPE y HDPE para aplicaciones de geomembranas a base de poliolefina. Las composiciones de polímero elastoplástico altamente flexible proporcionan una combinación única de flexibilidad, dureza mecánica, estabilidad dimensional, propiedades de barrera y ESCR.

25 Las composiciones de polímero elastoplástico altamente flexible útiles en geomembranas se enseñan en la patente de los Estados Unidos No. 5.286.564, la patente de los Estados Unidos No. 7.592.393 y la publicación de solicitud de patente de los Estados Unidos No. US 2010/0305276. Tienen alta flexibilidad, buena inercia química y buenas propiedades mecánicas.

30 La patente de los Estados Unidos No. 5.286.564 describe composiciones de polímero elastoplástico altamente flexible que comprende, en partes en peso: A) 10-50 partes de un homopolímero o copolímero de propileno isotáctico; B) 5-20 partes de una fracción de copolímero de etileno, insoluble en xileno a temperatura ambiente; y C) 40-80 partes de una fracción de copolímero de etileno que contiene menos de 40% en peso de etileno, siendo la fracción también soluble en xileno a temperatura ambiente, y que tiene una viscosidad intrínseca de 1,5 a 4 dl/g; con un porcentaje en peso de la suma de las fracciones (B) y (C) con respecto a la composición de poliolefina total de 50% a 90%, y una relación ponderal (B)/(C) menor que 0,4. Las composiciones muestran un módulo de flexión de menos de 150 MPa y valores bajos de dureza Shore.

35 La patente de los Estados Unidos No. 7.592.393 describe composiciones de polímero elastoplástico altamente flexible que comprenden los siguientes componentes, estando todas las cantidades porcentuales en peso: A) 8-25% de un homopolímero o copolímero de propileno; B) 75-92% de una fracción elastomérica que comprende un primer y un segundo copolímero elastomérico de propileno con otra u otras alfa-olefinas, en una relación ponderal de 1:5 a 5:1. Los copolímeros contienen 45% o menos de dichas alfa-olefinas y tienen valores especificados de solubilidad en xileno a temperatura ambiente y de viscosidad intrínseca de la fracción soluble en xileno.

Dichas composiciones muestran valores más bajos de módulo de flexión que las composiciones divulgadas en US 5.286.564.

40 La publicación de solicitud de patente de los Estados Unidos No. 2010/0305276 enseña una composición de polímero elastoplástico altamente flexible que tiene un equilibrio favorable e inusual de flexibilidad (bajo módulo de flexión), suavidad y propiedades de tensión, lo cual se obtiene cuando un copolímero específico de propileno con hexeno-1 se combina con un copolímero de etileno que tiene una alta solubilidad en xileno a temperatura ambiente.

50 La composición de poliolefina comprende los siguientes componentes (todas las cantidades porcentuales se expresan en peso): A) 15-40%, preferiblemente 21-35%, más preferiblemente 25-35%, en particular 26-35% de un copolímero de propileno con hexeno-1 que contiene de 2,5 a 10%, preferiblemente de 6 a 10% de hexeno-1 y que tiene un índice de fluidez (MFR, medido de conformidad con la norma ISO 1133 a 230 grados Celsius/2,16 kg) de 0,5 a 100 g/10 min, preferiblemente de 0,5 a 70 g/10 min, más preferiblemente de 2 a 70 g/10 min, en particular de 3 a 70 g/10 min; B) 60-85%, preferiblemente 65-79%, más preferiblemente 65-75%, en particular 65-74%, de un copolímero de etileno con propileno o una alfa-olefina CH₂=CHR, donde R es un radical alquilo C₂-C₈, y opcionalmente menores cantidades de

un dieno, o un copolímero de etileno con propileno y la alfa-olefina, y opcionalmente menores cantidades de un dieno, donde los copolímeros contienen etileno en una cantidad igual o menor que 40%, preferiblemente de 15 a 40%, más preferiblemente de 15 a 37%, y que tiene una solubilidad en xileno a temperatura ambiente mayor que 70%, preferiblemente mayor que 80%, más preferiblemente mayor que 85%.

- 5 Las cantidades de (A) y (B) se refieren al peso total de la porción polimérica de la composición de poliolefina. El documento WO 98/54260 se refiere a composiciones de olefina termoplástica para geomembranas. Las composiciones comprenden (A) una resina de polipropileno modificada por impacto compuesta de un polímero de propileno y un copolímero de elastómero de olefina y (B) un plastómero que comprende etileno copolimerizado con un comonomero de alfa-olefina con una densidad de 0,865 a 0,920. Es deseable para composiciones a base de MDPE y HDPE que sean útiles para preparar geomembranas y alcanzar mejoras de propiedades físicas similares a aquellas de las geomembranas a base de fPP.

Compendio de la invención

La presente invención es una composición de poliolefina que es una composición a base de polietileno. Comprende un polímero de olefina termoplástica y un polietileno.

- 15 El polímero de olefina termoplástica está presente en una cantidad suficiente para mejorar las propiedades físicas de la composición a base de polietileno. El polímero de olefina termoplástica está presente en una cantidad de 10 por ciento en peso a 50 por ciento en peso. Tiene una densidad en el intervalo de 0,85 g/cm³ a 0,92 g/cm³ y un módulo de flexión menor que 700 MPa, medido según ISO 178. Comprende un polipropileno y un copolímero de olefina.

- 20 El polietileno es un polietileno de media densidad (MDPE) que tiene una densidad en el intervalo de 0,926 g/cm³ a 0,940 g/cm³ o un polietileno de alta densidad (HDPE) que tiene una densidad mayor o igual que 0,941 g/cm³. El polietileno está presente en una cantidad de 50 por ciento en peso a 90 por ciento en peso.

La composición de poliolefina es útil para preparar artículos de fabricación, como láminas, membranas para techo, geomembranas, revestimientos blandos, cintas trefiladas, fibras trefiladas y filamentos trefilados. Es particularmente útil para preparar geomembranas.

- 25 Descripción detallada

Definiciones

En la presente descripción, "temperatura ambiente" se refiere a una temperatura de alrededor de 25 grados Celsius.

La "Distribución de Peso Molecular (Mw/Mn)" se mide mediante Cromatografía de Permeación en Gel (GPC).

Los contenidos de hexeno-1, etileno y buteno-1 se determinan mediante espectroscopía IR.

- 30 La solubilidad en xileno se determina mediante el siguiente procedimiento: Se introducen 2,5 g de polímero y 250 ml de xileno en un matraz de vidrio equipado con un refrigerador y un agitador magnético. Se eleva la temperatura en 30 minutos hasta el punto de ebullición del disolvente. La solución transparente obtenida se mantiene entonces a reflujo y agitación durante 30 minutos más. Luego, se deja que el matraz cerrado alcance los 100°C (el calor es apagado) y luego se coloca en un baño de agua termostática a 25 grados Celsius también durante 30 minutos. El sólido así formado se filtra sobre papel de filtrado rápido. Se vierten 100 ml del líquido filtrado en un recipiente de aluminio previamente pesado, que se calienta en una placa de calentamiento bajo flujo de nitrógeno para eliminar el disolvente por evaporación. El recipiente se mantiene en un horno a 80 grados Celsius al vacío hasta que se obtiene peso constante. Luego se calcula el porcentaje en peso del polímero soluble en xileno a temperatura ambiente.

La Viscosidad Intrínseca (LV.) se determina en tetrahidronaftaleno a una temperatura de 135 grados Celsius.

- 40 La densidad se determina de conformidad con ISO 1183.

El módulo de flexión se determina de conformidad con ISO 178.

Shore A y D se determinan de conformidad con ISO 868.

El índice de fluidez (MFR) se determina de conformidad con ISO 1133.

- 45 En una primera realización, la presente invención es una composición de poliolefina que es una composición a base de polietileno. Comprende un polímero de olefina termoplástica y un polietileno.

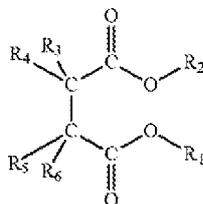
El polímero de olefina termoplástica está presente en una cantidad suficiente para mejorar las propiedades físicas de la composición a base de polietileno. El polímero de olefina termoplástica está presente en una cantidad de 10 por ciento en peso a 50 por ciento en peso. Tiene una densidad en el intervalo de 0,85 g/cm³ a 0,92 g/cm³ y un módulo de flexión menor que 700 MPa, medido según ISO 178. Preferiblemente, el módulo de flexión es menor que 400 MPa.

- 50 Comprende un polipropileno y un copolímero de olefina.

ES 2 726 128 T3

- 5 El polipropileno es un homopolímero de propileno o un copolímero de propileno que contiene más que 80 por ciento en peso de propileno, en particular más que 85 por ciento en peso de propileno. En el copolímero, el comonómero es preferiblemente etileno o una olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$ donde R es un radical de alquilo de 2-8 carbonos o una combinación de los mismos. La cantidad total de comonómeros en el copolímero de propileno es preferiblemente de 0,1 por ciento en peso a 4 por ciento en peso en referencia al peso total del copolímero.
- Más aun, dicho copolímero es típicamente semicristalino, ya que tiene un punto de fusión cristalina y tiene una estereorregularidad de tipo isotáctico.
- 10 Preferiblemente, el copolímero exhibe una de las siguientes características: una solubilidad en xileno a temperatura ambiente por debajo de 30% en peso, preferiblemente por debajo de 16% en peso; temperatura de fusión de 125 a 150 grados Celsius, más preferiblemente de 130 a 150 grados Celsius.
- La distribución de peso molecular, M_w/M_n , medida mediante Cromatografía de Permeación en Gel, es de 3,5 a 10, preferiblemente de 4 a 6. El polipropileno tiene un índice de fluidez de 0,5 a 50, preferiblemente de 3 a 30, y un insoluble en xileno a 25 grados Celsius mayor o igual que 94, y preferiblemente mayor o igual que 96%.
- 15 El polipropileno puede prepararse mediante polimerización secuencial en al menos dos etapas, en presencia de un catalizador Ziegler-Natta soportado en un haluro de magnesio en forma activa.
- 20 Preferiblemente, el catalizador contiene, como elemento esencial, un componente catalizador sólido que comprende un compuesto de titanio que tiene al menos un enlace de titanio-halógeno y un compuesto donante de electrones, ambos soportados en un haluro de magnesio en forma activa, y se caracterizan de modo que son capaces de producir polímeros de propileno que tienen una fracción insoluble en xileno a 25 grados Celsius mayor o igual que 94%, preferiblemente mayor o igual que 96%, y tienen una sensibilidad a reguladores de peso molecular lo suficientemente alta para producir homopolímero de propileno que tiene un índice de fluidez (MFR) menor o igual que 0,5 y mayor o igual que 50 g/10 min.
- Los métodos para preparar polipropileno se describen en la patente de los Estados Unidos No. 5,286,791.
- 25 El copolímero de olefina se selecciona del grupo que consiste en (a) un copolímero de etileno con propileno o una olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un radical alquilo de 2-8 carbonos y, opcionalmente, cantidades menores de un dieno, o (b) un copolímero de etileno, propileno y una olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un radical alquilo de 2-8 carbonos, y opcionalmente cantidades menores de un dieno, y los copolímeros contienen etileno en una cantidad de 16 por ciento en peso a 85 por ciento en peso y con una solubilidad en xileno a temperatura ambiente mayor que 70 por ciento en peso.
- 30 Siempre que esté presente, la cantidad de dieno en copolímero (b) es preferiblemente de 1 a 10% en peso con respecto al peso total de copolímero (b). Los ejemplos de dienos incluyen butadieno, 1,4-hexadieno, 1,5-hexadieno y etilideno-1-norborneno.
- El copolímero (b) tiene preferiblemente una densidad de 0,855 a 0,885 g/cm³.
- 35 Los copolímeros (a) y (b) pueden obtenerse con procesos de polimerización realizados en presencia de catalizadores Ziegler-Natta estereoespecíficos soportados en dihaluros de magnesio, en particular dicloruro de magnesio.
- El proceso de polimerización, que puede ser continuo o por lote, se realiza mediante técnicas conocidas y en fase líquida, en presencia o no de diluyente inerte, o en fase gaseosa o mediante técnicas líquido-gaseosas combinadas. El tiempo, la presión y la temperatura de reacción de polimerización no son críticas. Sin embargo, es mejor si la temperatura es de 20 a 100 grados Celsius. La presión puede ser atmosférica o más alta.
- 40 La regulación del peso molecular, que resulta en los valores del índice de fluidez, se realiza por medio de reguladores conocidos, en particular, hidrógeno.
- Los catalizadores para la polimerización estereoespecífica comprenden el producto de la reacción entre: 1) un componente sólido, que contiene un compuesto de titanio y un compuesto donador de electrones (donador interno) soportado en dihaluro de magnesio; (preferiblemente cloruro); 2) un compuesto de alquilaluminio (cocatalizador); y, opcionalmente, 3) un compuesto donador de electrones. Los catalizadores son preferiblemente capaces de producir homopolímeros de propileno que tienen un índice isotáctico superior al 90% (medido como cantidad en peso de la fracción insoluble en xileno a temperatura ambiente).
- 45 El componente catalizador sólido (1) contiene como donante de electrones un compuesto seleccionado en general entre éteres, cetonas, lactonas, compuestos que contienen átomos de N, P y/o S y ésteres de ácido mono y dicarboxílico.
- 50 Los catalizadores que tienen las características mencionadas anteriormente son bien conocidos en la literatura de patentes; particularmente ventajosos son los catalizadores descritos en la patente de los Estados Unidos No. 4,399,054 y la patente europea No. 0045977. Los ésteres de ácido ftálico y ésteres de ácido succínico son

particularmente adecuados entre los compuestos de donantes de electrones. Los ésteres de ácido succínico adecuados se representan mediante la fórmula (I):



5
10
15
20
25

donde los radicales R_1 y R_2 , iguales o diferentes entre sí, son un grupo alquilo, alqueno, cicloalquilo, arilo, arilalquilo o alquilarilo C_2-C_{20} lineal o ramificado, que opcionalmente contiene heteroátomos; los radicales R_3 a R_6 , iguales o diferentes entre sí, son hidrógeno o un grupo alquilo, alqueno, cicloalquilo, arilo, arilalquilo o alquilarilo C_2-C_{20} lineal o ramificado, que opcionalmente contiene heteroátomos, y los radicales R_3 a R_6 , que se unen al mismo átomo de carbono pueden unirse para formar un ciclo.

R_1 y R_2 son preferiblemente grupos alquilo, cicloalquilo, arilo, arilalquilo y alquilarilo C_2-C_8 . Particularmente preferidos son los compuestos en los cuales R_1 y R_2 se seleccionan de alquilos primarios y en particular alquilos primarios ramificados. Entre los ejemplos de grupos R_1 y R_2 adecuados se incluyen metilo, etilo, n-propilo, n-butilo, isobutilo, neopentilo y 2-etilhexilo. Se prefieren particularmente etilo, isobutilo y neopentilo.

Uno de los grupos preferidos de compuestos descritos por la fórmula (I) es aquel en que R_3 a R_5 son hidrógeno y R_6 es un radical alquilo, cicloalquilo, arilo, arilalquilo y alquilarilo ramificado que tiene de 3 a 10 átomos de carbono. Otro grupo preferido de compuestos entre los de la fórmula (1) es aquel en que al menos dos radicales de R_3 a R_6 son distintos de hidrógeno y se seleccionan de grupo alquilo, alqueno, cicloalquilo, arilo, arilalquilo o alquilarilo lineal o ramificado C_1-C_{20} , que opcionalmente contiene heteroátomos. Los compuestos en los que los dos radicales distintos de hidrógeno están unidos al mismo átomo de carbono son particularmente preferidos. Además, también los compuestos en los que al menos dos radicales distintos de hidrógeno están unidos a diferentes átomos de carbono, es decir R_3 y R_5 o R_4 y R_6 son particularmente preferidos. Otros donantes de electrones particularmente adecuados son los 1,3-diéteres, como se ilustra en las Solicitudes de Patente Europea publicadas Nos. 361493 y 728769.

Como cocatalizadores (2), uno preferiblemente utiliza los compuestos de aluminio de trialquilo, como Al-trietilo, Al-triisobutilo y Al-tri-n-butilo.

30
35

Los compuestos donantes de electrones (3) que pueden utilizarse como donantes de electrones externos (agregados al Al-alquilo) comprenden los ésteres de ácido aromático (tales como benzoatos alquílicos), compuestos heterocíclicos (tales como la 2,2,6,6-tetrametilpiperidina y la 2,6-diisopropilpiperidina), y en particular compuestos de silicio que contienen al menos un enlace Si-OR (donde R es un radical hidrocarburo).

Entre los ejemplos de los compuestos de silicio se incluyen aquellos de la fórmula $R_a1R_b2Si(OR)_c$, donde a y b son números enteros de 0 a 2, c es un número entero de 1 a 3 y la suma $(a + b + c)$ es 4; R' , R_2 y R_3 son radicales alquilo, cicloalquilo o arilo con 1-18 átomos de carbono que opcionalmente contienen heteroátomos.

40
45

El texiltrimetoxisilano (2,3-dimetil-2-trimetoxisilil-butano) es particularmente preferido. En particular, el texiltrimetoxisilano se utiliza preferiblemente para preparar el copolímero (a). Los 1,3-diéteres también son adecuados para ser utilizados como donantes externos. En el caso en el cual el donante interno sea uno de los 1,3-diéteres, el donante externo puede omitirse. Otros catalizadores que pueden utilizarse son catalizadores tipo metaloceno, como se describe en la patente de los Estados Unidos No. 5,324,800 y la solicitud de patente europea No. 0129368; particularmente ventajosos son los metalocenos de bis-indenilo con puente, por ejemplo, como se describe en la patente de los Estados Unidos No. 5,145,819 y la solicitud de patente europea No. 0485823. Otra clase de catalizadores adecuados son los denominados catalizadores de geometría restringida, como se describe en las Solicitudes de Patente Europea Nos. 0416815, 0420436, 0671404 y 0643066 y Publicación PCT No. WO 91/04257. Estos compuestos de metaloceno pueden utilizarse en particular para producir el copolímero (b).

Los catalizadores se pueden precontactar con pequeñas cantidades de olefina (prepolimerización), mantener el catalizador en suspensión en un disolvente de hidrocarburo, y polimerizar a temperaturas desde la temperatura ambiente a 60 grados Celsius, con lo que se produce una cantidad de polímero de 0,5 a 3 veces el peso del catalizador.

La operación también puede ocurrir en monómero líquido, con lo que se produce, en este caso, una cantidad de polímero de hasta 1000 veces el peso del catalizador.

50

La composición de la presente invención puede prepararse mediante la mezcla de copolímeros (a) y (b) en el estado fluido, es decir, a temperaturas mayores que su punto de ablandamiento o fusión, o mediante polimerización secuencial en dos o más etapas en la presencia de los catalizadores Ziegler-Natta altamente estereoespecíficos y/o catalizadores tipo metaloceno.

- 5 El proceso de polimerización secuencial mencionado para la producción de la composición de la presente invención generalmente comprende al menos dos etapas, donde en la primera etapa o etapas se polimerizan propileno y hexeno-1, opcionalmente en presencia de etileno y/o la alfa-olefina como comonómeros, para formar el copolímero (a) y en la o las etapas posteriores las mezclas de etileno/propileno y/u otra alfa-olefina y opcionalmente un dieno se polimerizan para formar el copolímero (b).
- La polimerización secuencial se realiza ya sea en la fase líquida, gaseosa o líquida/gaseosa. Es preferible realizar la polimerización en fase gaseosa.
- 10 La temperatura de reacción en las diversas etapas de polimerización puede ser igual o diferente y, generalmente, varía de 40 a 90 grados Celsius, preferiblemente de 50 a 80 grados Celsius para el copolímero (a) y de 40 a 60 grados Celsius para el copolímero (b).
- En la solicitud de patente europea 0472946 se describen ejemplos de procesos de polimerización secuenciales.
- En la publicación PCT No. WO2007/057361 se describen ejemplos de preparación del copolímero (b) en una polimerización de una única etapa en una solución de hidrocarburo.
- 15 Los valores de MFR, medidos de conformidad con ISO 1133, a 230 grados Celsius/2,16 kg de la composición de la presente invención son generalmente de 0,4 a 30 g/10 min, preferiblemente de 0,6 a 15 g/10 min.
- Los valores de MFR deseados para la composición de la presente invención pueden obtenerse directamente en polimerización al regular de manera adecuada el regulador de peso molecular (hidrógeno, por ejemplo) o someter los componentes o la composición de polímero a una reducción de la viscosidad.
- 20 La división o reducción de la viscosidad de cadena de polímero se realiza mediante técnicas bien conocidas. Una de ellas consiste en utilizar peróxidos que se agregan en cantidades suficientes al polímero o composición de polímero para proporcionar el grado deseado de reducción de la viscosidad, tras el calentamiento, generalmente en un extrusor.
- Los peróxidos que se utilizan más convenientemente en el proceso de reducción de la viscosidad del polímero o composición de polímero tienen una temperatura de descomposición preferiblemente en el intervalo de 150 grados Celsius a 250 grados Celsius. Ejemplos de los peróxidos son di-tert-butil peróxido, dicumil peróxido, 2,5-dimetil-2,5-di(tert-butilperoxi)hexano y Luperox 101 2,5-dimetil-2,5-di(tert-butilperoxi)hexano, todos los cuales están comercialmente disponibles.
- 25 La cantidad de peróxido necesario para el proceso de reducción de la viscosidad preferiblemente varía de 0,001 a 1,5% en peso del polímero o composición de polímero, más preferiblemente de 0,002 a 0,6%.
- 30 La composición de la presente invención también puede contener aditivos, rellenos y pigmentos comúnmente utilizados para polímeros de olefina, como agentes de nucleación, aceites de extensión, rellenos minerales, pigmentos orgánicos e inorgánicos.
- Preferiblemente, el copolímero de olefina tiene un contenido de propileno en el intervalo de 75 por ciento en peso a 96 por ciento en peso y un MFR menor que 100 g/10 min, medido según ISO 1133-1:2011 a 230 grados Celsius/2,16 kg. Más preferiblemente, el copolímero de olefina tiene un MFR en el intervalo de 0,05 g/10 min a 40 g/10 min, medido según ISO 1133-1:2011 a 230 grados Celsius/2,16 kg.
- 35 Preferiblemente, el copolímero de olefina tiene una densidad en el intervalo de 0,857 g/cm³ a 0,908 g/cm³ y un MFR menor que 30 g/10 min, medido según ISO 1133-1:2011 a 190 grados Celsius/21.6 kg.
- Preferiblemente, el copolímero de olefina contiene etileno en una cantidad menor o igual que 40 por ciento en peso.
- 40 Preferiblemente, el polímero de olefina termoplástica es una composición heterofásica preparada mediante polimerización secuencial en al menos dos etapas seleccionadas del grupo que consiste en:
- (a) una composición de polímero de olefina que consiste esencialmente en:
- 45 (i) de 10 por ciento a 60 por ciento, preferiblemente 20 a 50%, de un homopolímero de propileno con índice isotáctico en el intervalo de 90 por ciento a 99 por ciento o un copolímero de propileno cristalino con etileno, con una olefina CH₂=CHR donde R es un radical alquilo de 2-8 carbonos o combinaciones de ellos, que contienen más que 85 por ciento en peso de propileno y que tienen un índice isotáctico en el intervalo de 85 por ciento a 99 por ciento,
- (ii) de 8 por ciento a 40 por ciento de una fracción de copolímero de etileno semicristalino que contiene etileno y propileno, que tiene un contenido de etileno de más que 50 por ciento e insoluble en xileno a temperatura ambiente, y
- 50 (iii) de 30 por ciento a 60 por ciento, preferiblemente 30 a 50%, de una fracción de copolímero de etileno-propileno amorfo, que opcionalmente contiene pequeñas porciones de un dieno, preferiblemente 1-10% de un dieno, más preferiblemente 1-5% de un dieno, soluble en xileno a temperatura ambiente y que contiene 40 por ciento en peso a 70 por ciento en peso de etileno; y

(b) una composición de polímero de olefina que consiste esencialmente en:

- 5 (i) de 10 por ciento a 50 por ciento, preferiblemente, 10 a 40% y, más preferiblemente, 20 a 35%, de un homopolímero de propileno que tiene un índice isotáctico mayor que 80, preferiblemente de 85 a 99%, o un copolímero seleccionado del grupo que consiste en (A) propileno y etileno, (B) propileno, etileno y una alfa-olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un alquilo lineal o ramificado C2-8, y (C) propileno y una alfa-olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un alquilo lineal o ramificado C2-8, donde el copolímero contiene más que 80 por ciento, preferiblemente de 85 a 99% y, más preferiblemente, de 90 a 99%, de propileno y un índice isotáctico mayor que 80, preferiblemente mayor que 85 a 99%,
- 10 (ii) menor o igual que 20 por ciento, preferiblemente 5 a 20%, más preferiblemente 7 a 15%, de una fracción de copolímero insoluble en xileno a temperatura ambiente; y
- 15 (iii) de 40 por ciento a 80 por ciento, preferiblemente de 50 a 70%, de una fracción de copolímero seleccionada del grupo que consiste del copolímero de (A) etileno y propileno, donde el copolímero contiene de 20 por ciento a Menos que 40 por ciento, preferiblemente de 25 a 38%, de etileno, (B) etileno, propileno y una alfa-olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un alquilo lineal o ramificado C2-8, la alfa-olefina está presente en una cantidad de 1 por ciento a 10 por ciento y la cantidad de etileno y alfa-olefina presente es de 20 por ciento a menos que 40 por ciento, preferiblemente de 25 a 38%; y (C) etileno y una alfa-olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un alquilo lineal o ramificado C2-8, que contiene de 20% a menos de 40% de la alfa-olefina y, opcionalmente, con 0,5 por ciento a 10 por ciento, preferiblemente 1 a 5% de un dieno, donde la fracción de copolímero es soluble en xileno a temperatura ambiente y tiene una viscosidad intrínseca de 1,5 dl/g a 10,0 dl/g, preferiblemente de 1,5 a 5,0 dl/g; más preferiblemente de 1,5 a 4,0 dl/g, más preferiblemente de 1,7 a 3,0 dl/g,
- 20 donde el total de las fracciones (bii) y (biii), en función de la composición de polímero de olefina total, es de 50% a 90%, preferiblemente de 65% a 80%, y la relación pondera (vi)/(biii) menor que 0,4, preferiblemente de 0,1 a 0,3.

Preferiblemente, el componente (b)(ii) se selecciona del grupo que consiste en (A) etileno y propileno que contiene más que aproximadamente 55 por ciento de etileno, preferiblemente de 55 a 99%, (B) etileno, propileno y una alfa-olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$ donde R es un alquilo lineal o ramificado C2-8, que contiene de 1 por ciento a 10 por ciento de la alfa-olefina y más que 55 por ciento hasta 98%, preferiblemente de 80 a 95%, de etileno y alfa-olefina y (C) etileno y una alfa-olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$ donde R es un alquilo lineal o ramificado C2-8, que contiene más que 55 por ciento hasta 98%, preferiblemente de 80 a 95%, de la alfa-olefina. El componente (b) es la composición de polímero de olefina heterofásica preferida utilizada en las mezclas de la presente invención.

30 La alfa-olefina C4-C10 útil en la preparación de los componentes (a) y (b), conforme se describió anteriormente, incluye buteno-1, penteno-1, hexeno-1, 4-metil-1-penteno y octeno. El buteno-1 es particularmente preferido.

El dieno, cuando está presente, en los componentes (a) y (b), es típicamente un monómero de butadieno, 1,4-hexadieno, 1,5-hexadieno o etilidien norborneno.

Preferiblemente, el polímero de olefina termoplástica tiene un contenido de etileno en el intervalo de 15 por ciento en peso a 50 por ciento en peso.

35 Preferiblemente, el polímero de olefina termoplástica tiene un contenido soluble en xileno (XS) a temperatura ambiente mayor que 30 por ciento en peso, más preferiblemente, mayor que 60 por ciento en peso.

El polietileno es un polietileno de media densidad (MDPE) que tiene una densidad en el intervalo de 0,926 g/cm³ y 0,940 g/cm³ o un polietileno de alta densidad (HDPE) que tiene una densidad mayor o igual que 0,941 g/cm³. El polietileno está presente en una cantidad de 50 por ciento en peso a 90 por ciento en peso.

40 El HDPE se fabrica solo mediante el uso de etileno como un monómero para las cadenas de polímero (homopolímero HDPE) o de cantidades bajas de comonómeros (normalmente buteno o hexeno), y se obtienen cadenas de polímero lineales con ramas de cadena corta. El MDPE es similar al HDPE, pero al copolimerizar el monómero de etileno con cantidades mayores de un comonómero alquilo ramificado (buteno, hexeno u octeno), se produce un copolímero de PE en el cual las ramas de hidrocarburo reemplazan algunos de los átomos de hidrógeno unidos a los átomos de carbono. La distinción entre MDPE y LLDPE es un resultado del grado de copolimerización, afectando en última instancia la densidad del polímero (cuánto más alta la ramificación de cadena corta, más baja es la densidad), siendo el LLDPE significativamente más flexible que el MDPE y el HDPE.

50 En una realización adicional, el polímero de olefina termoplástica tiene una densidad preferiblemente de 0,850 g/cm³ a 0,890 g/cm³ y, más preferiblemente, de 0,855 g/cm³ a 0,885 g/cm³. Preferiblemente no presenta ningún grado de cristalinidad o presenta un grado de cristalinidad relativamente bajo, de manera indicativa de 0 a 35%, medido mediante rayos X. Preferiblemente tiene una dureza (Shore D, ISO 868) menor o igual que 90 puntos, más preferiblemente, menor o igual que 70 puntos y, más preferiblemente, menor o igual que 40 puntos. Preferiblemente tiene un punto de fusión, medido mediante calorimetría de barrido diferencial (DSC) a una velocidad de calentamiento/enfriamiento de 10-20 grados Celsius /min, de 142 grados Celsius o menor y más preferiblemente de 90 grados Celsius o menor. Preferiblemente tiene un calor de fusión, medido con DSC en las condiciones anteriores, de 75 J/g o menos. Tiene preferiblemente una distribución de peso molecular, Mw/Mn, medida mediante cromatografía de permeación en gel en triclorobenceno a 135 grados Celsius, de 1,5 a 15, más preferiblemente, de 1,5 a 10 y, más

preferiblemente, de 2,5 a 10. Preferiblemente tiene un índice de fluidez (MFR, medido a 230 grados Celsius, 2,16 kg) de 0,1 dg/min a 3 dg/min y más preferiblemente de 0,5 dg/min a 2,5 dg/min. Preferiblemente tiene un módulo de flexión (ISO 178A) menor que 200 MPa, más preferiblemente, de 50 a 170 y, más preferiblemente, de 75 a 125. Preferiblemente tiene una resistencia de tensión a la rotura de 2 MPa a 50 MPa y, más preferiblemente, de 5 MPa a 20 MPa. Preferiblemente tiene una elongación de tensión a la rotura de 450% a 900% y, más preferiblemente, de 600% a 800%.

5 El polímero de olefina termoplástica adecuado también incluye los denominados plastómeros. Los plastómeros se producen en general mediante catalizadores de un único sitio. Entre los plastómeros adecuados se incluyen copolímeros de propileno que contienen hasta 40 por ciento en peso de un comonomero de olefina. Preferiblemente, el plastómero comprende de 0,1 por ciento en peso a 40 por ciento en peso, más preferiblemente, de 0,1 por ciento en peso a 25 por ciento en peso de comonomeros de olefina seleccionados del grupo que consiste en etileno, alfa-olefina C4-C8 y mezclas de estos. El etileno es un comonomero particularmente preferido.

10 Muchos polímeros de olefina termoplástica están comercialmente disponibles y son adecuados para su uso en la invención. Entre los ejemplos se incluyen resinas Adflex™, Hifax™ y Softell™ de LyondellBasell Industries, elastómeros y plastómeros Versify™ De The Dow Chemical Company, elastómeros Vistamaxx™ de ExxonMobil Chemical, similares y sus mezclas. En una tercera realización, la presente invención es un artículo de fabricación preparado a partir de una composición de poliolefina, donde el artículo es una lámina, una membrana para techo, una geomembrana, un revestimiento blando, una cinta trefilada, una fibra trefilada o un filamento trefilado. Preferiblemente, el artículo de fabricación es una geomembrana.

15 La geomembrana se prepara a partir de una composición de poliolefina que comprende (a) 10 por ciento a 50 por ciento en peso de un polímero de olefina termoplástica que tiene una densidad en el intervalo de 0,85 g/cm³ a 0,92 g/cm³ y un módulo de flexión menor que 700 MPa, medido según ISO 178:2010; dicho polímero de olefina termoplástica comprende un polipropileno y un copolímero de olefina; y (b) 50 por ciento a 90 por ciento en peso de un polietileno que tiene una densidad mayor que 0,926 g/cm³.

25 Ejemplos

Los siguientes ejemplos no limitantes ilustran la invención.

Los siguientes grados comerciales de HDPE y MDPE producidos por LyondellBasell Industries se utilizaron como los materiales de PE base para este estudio: (a) HDPE -- polietileno LUPOLENTM 5021DX (densidad = 0,950 g/cm³) y (b) MDPE -- polietileno LUPOLENTM 3721C (densidad = 0,937 g/cm³). El siguiente grado comercial se usó como un modificador comparativo: LLDPE -- CLEARFLEXTM FG 106 polietileno lineal de baja densidad (copolímero de etileno-hexeno; densidad = 0,918 g/cm³).

La composición de polímero elastoplástico altamente flexible ejemplar se preparó a partir de: (a) 30 por ciento en peso de un copolímero de propileno con etileno, que contiene 3,2 por ciento en peso de etileno, y (b) 70 por ciento en peso de un copolímero de etileno con propileno, que contiene 27 por ciento en peso de etileno y que tiene solubilidad en xileno a temperatura ambiente de 90 por ciento en peso. La fracción soluble en xileno de (b) tiene un valor intrínseco de 3,2 dl/g, medido en tetrahidronaftaleno a 135°C.

35 En la presente, el polímero elastoplástico altamente flexible ejemplar se refiere a un polipropileno flexible ("fl>P"). La expresión "polipropileno flexible" se utiliza típicamente con referencia a aplicaciones de geomembrana, que es una aplicación principal enseñada en la presente solicitud.

40 Cada modificador se mezcló con cada material de PE base a niveles de 20 por ciento en peso y 40 por ciento en peso. Las composiciones de poliolefina mezcladas contenían además negro de carbón, estabilizadores UV (HALS) y antioxidantes primarios y secundarios para estimular las formulaciones de geomembrana comerciales y proporcionar estabilidad UV durante la evaluación de desgaste acelerado.

45 Las composiciones de poliolefina mezcladas se granulan con un extrusor de doble tornillo de 25 mm Berstorff ZE25 con un sistema de granulación de hebras.

A partir de los granulados, se prepararon dos tipos de especímenes. Un conjunto se moldeó por compresión y el otro a partir de láminas extruidas.

Los especímenes moldeados por compresión se prepararon debido a que las composiciones a base de polietileno se evalúan generalmente de esa forma. Los especímenes se moldearon en una prensa COLLIN 200M de acuerdo con el estándar ISO 293. Las pruebas para los especímenes moldeados por compresión incluían: (a) Impacto Izod Dentado (ISO 180), (b) Módulo de flexión (ISO 178), (c) Punto de Ablandamiento Vicat (ISO 306) y (d) Resistencia a la fractura por estrés ambiental (ESCR) (ASTM D 1693).

Los especímenes de lámina se troquelaron a partir de una lámina de 1 mm (40 mil) de espesor. Las pruebas para los especímenes de lámina incluían:

55 (a) Propiedades de tensión (ISO 527-3; 500 mm/min) y (b) Ventana de soldabilidad.

Tabla 1: Mezclas de HDPE (Especimen moldeado por compresión)

Propiedad física	Unidades	C.E. 1 fPP	C.E. 2 HDPE	Ej. 3 + 20 % en peso fPP	Ej. 4 + 40 % en peso fPP	C.E. 5 20 % en peso LLDPE	C.E. 6 + 40 % en peso LLDPE
Impacto Izod a -30°C	kJ/m ²	79,6	4,0	7,2	74,6	6,0	6,9
Impacto Izod a -40°C	kJ/m ²	81,7	4,2	6,4	15,7	5,4	6,4
Módulo de elasticidad	MPa	85	1176	785	410	945	760
Punto de ablandamiento Vicat	°C	55,2	125	121	96	122	117

Tabla 2: Mezclas de MDPE (Especimen moldeado por compresión)

Propiedad física	Unidades	C.E. 1 fPP	C.E. 7 MDPE	Ej. 8 + 20 % en peso fPP	Ej. 9 + 40 % en peso fPP	C.E. 10 20 % en peso LLDPE	C.E. 11 + 40 % en peso LLDPE
Impacto Izod a -30°C	kJ/m ²	79,6	5,3	26,8	87,8	7,1	10,7
Impacto Izod a -40°C	kJ/m ²	81,7	5,7	10,4	67,0	6,4	8,4
Módulo de elasticidad	MPa	85	712	480	330	579	538
Punto de ablandamiento Vicat	°C	55,2	118	111	91,5	116	112

20 La evaluación de impacto determina la dureza y resistencia a la perforación del material mediante impacto. La resistencia al impacto se utiliza para evaluar cuánta energía se requiere para romper el espécimen impactado.

25 Las Tablas 1 y 2 muestran que la resistencia al impacto Izod a baja temperatura de fPP es aproximadamente 20 veces más alta que la del HDPE o MDPE. Más aun, las tablas muestran que una gran mejora en Izod a baja temperatura se obtiene mediante la mezcla en 20% y especialmente 40% de fPP. Mediante el uso de LLDPE a 20% o 40% como modificador, se obtienen mejoras mucho menores en la resistencia al impacto.

El módulo de flexión de un material de membrana afecta la capacidad para prefabricar grandes secciones en el ambiente de fabricación. Una membrana más flexible se ajustará mejor a la superficie de sustrato cuando la geomembrana está desplegada y será más fácil de instalar en climas fríos.

30 Las Tablas 1 y 2 muestran que fPP es 14 veces más flexible que HDPE y 8 veces más flexible que MDPE. La reducción de la rigidez obtenida mediante la mezcla de fPP a 20% es significativa (una reducción de aproximadamente 33%), pero con 40 % de fPP se logra una mejora aun mayor (65 % de reducción en mezcla con HDPE y 54 % de reducción en mezcla con MDPE).

35 Mientras que la adición de LLDPE también proporciona una mejora de la flexibilidad, no es tan eficiente como el fPP. La reducción de rigidez obtenida mediante la mezcla en 40% de LLDPE es menor que la reducción obtenida mediante la mezcla en tan sólo 20% de fPP.

Las Tablas 1 y 2 muestran que las mezclas de HDPE/MDPE con fPP tienden a tener un punto de ablandamiento Vicat disminuida, que puede ayudar a ampliar la ventana de soldadura de calor del material.

Tabla 3: ESCR de mezclas

Propiedad	Unidades	C.E. 1 fPP	C.E. 7 MDPE	C.E. 2 HDPE	Ej. 3 + 20 % en peso fPP	Ej. 4 + 40 % en peso fPP	C.E. 5 20 % en peso LLDPE	C.E. 6 + 40 % en peso LLDPE
10 % Igepal	horas	>1600	>1600	52	>1600	>1600	740	>1600
100 % Igepal	horas	>1600	>1600	185	>1600	>1600	>1600	>1600

A diferencia de los materiales a base de PE, fPP no es propenso a Fractura por Estrés Ambiental, como se confirma en este estudio (ESCR>1600 horas). La Tabla 3 muestra que el MDPE evaluado se desempeñó muy bien (ESCR>1600 horas). Sin embargo, el HDPE mostró resultados bastante pobres en 10% de concentración Igepal (52 horas) y 100% de concentración Igepal (185 horas). La adición de fPP al nivel de 20 % fue suficiente para mejorar dramáticamente el desempeño en ESCR de HDPE, llevándolo al mismo nivel que 100 % de fPP o 100% de MDPE (ESCR>1600 horas). La adición de LLDPE también tuvo un efecto positivo, pero no tan grande como fPP, ya que fue necesaria una adición del 40 % de LLDPE para lograr el mismo efecto que con 20 % de fPP.

Tabla 4: Mezclas de HDPE (especímenes de lámina)

Propiedad física	Unidades	C.E. 1 fPP	C.E. 2 HDPE	Ej. 3 + 20 % en peso fPP	Ej. 4 + 40 % en peso fPP	C.E. 5 20 % en peso LLDPE	C.E. 6 + 40 % en peso LLDPE
Resistencia de tensión a rendimiento DM	MPa	7,7	25,4	18,3	14,2	21,6	18,6
Elongación de tensión a rendimiento DM	%	39,0	10,0	13,6	19,7	11,6	126
Resistencia de tensión a la rotura MD	MPa	22,1	20,8	30,2	29,3	27,7	29,7
Elongación de tensión a la rotura DM	%	850	747	739	805	700	690
Resistencia a la rasgadura DM	N	76	140	124	108	134	124
Resistencia de tensión a rendimiento DT	MPa	7,0	27,7	18,1	13,1	22,7	19,3
Elongación de tensión a rendimiento DT	%	38,0	7,5	13,8	18,8	10,7	11,9
Resistencia de tensión a la rotura TD	MPa	22,4	15,8	16,5	23,2	21,8	30,7
Elongación de tensión a la rotura DT	%	850	310	765	795	827	830
Resistencia a la rasgadura DT	N	74	170	146	122	156	139
Resistencia a la punción	N	252	387	372	358	394	371
MD = Dirección de la máquina; TD = Dirección transversal							

Tabla 5: Mezclas de MDPE (especímenes de lámina)

	Propiedad física	Unidad es	C.E. 1 fPP	C.E. 2 MDPE	Ej. 3 + 20 % en peso fPP	Ej. 4 + 40 % en peso fPP	C.E. 5 20 % en peso LLDPE	C.E. 6 + 40 % en peso LLDPE
5	Resistencia de tensión a rendimiento DM	MPa	7,7	19,0	14,7	12,0	16,4	14,9
	Elongación de tensión a rendimiento DM	%	39,0	12,5	15,3	24,4	--	15,3
10	Resistencia de tensión a la rotura MD	MPa	22,1	31,6	30,7	28,7	32,1	32,1
	Elongación de tensión a la rotura DM	%	850	685	738	808	722	753
	Resistencia a la rasgadura DM	N	76	120	104	99	128	119
15	Resistencia de tensión a rendimiento DT	MPa	7,0	20,6	14,4	11,0	17,3	15,8
	Elongación de tensión a rendimiento DT	%	38,0	10,5	16,1	21,6	12,3	13,9
	Resistencia de tensión a la rotura TD	MPa	22,4	32,4	24,8	24,7	32,3	29,5
	Elongación de tensión a la rotura DT	%	850	820	751	807	820	828
20	Resistencia a la rasgadura DT	N	74	139	117	104	136	127
	Resistencia a la punción	N	252	362	328	312	385	356
MD = Dirección de la máquina; TD = Dirección transversal								

25 Las propiedades de tensión de una membrana proporcionan indicaciones prácticas sobre el comportamiento del material cuando se estira durante la instalación o en su vida útil. La alta elongación en el punto de ruptura demuestra la capacidad del polímero para estirarse antes de romperse y es una propiedad clave en las aplicaciones de geomembrana.

30 Las Tablas 4 y 5 muestran que, aunque el fPP tiene una resistencia de tensión a la fluencia más baja que el HDPE o el MDPE, puede obtenerse una elongación a la rotura incluso más alta con fPP. Por lo tanto, las mezclas de HDPE/MDPE con fPP tienen una resistencia de tensión a la fluencia más baja (entre 2% y 30% más baja con la adición de 20% de fPP) pero una elongación a la fluencia más alta.

El fPP tiene una resistencia de tensión a la rotura similar al HDPE (levemente más alta) y menor que el MDPE. Parece existir un efecto sinérgico para la resistencia de tensión a la rotura entre el HDPE y el fPP - sus mezclas tienen una resistencia de tensión a la rotura más alta que el HDPE o el fPP solos.

35 Con el fin de tener una indicación preliminar con respecto a si la introducción de fPP afecta la soldabilidad de HDPE y MDPE, algunas muestras de lámina se soldaron con un procedimiento de soldadura de cuña caliente mediante un equipo comercial. La soldadura de cuña caliente se realiza con una cuña caliente, que se calienta normalmente hasta una temperatura de 300-500°C y se pasa entre las geomembranas inferiores y superiores superpuestas que necesitan unirse.

40 Un sistema de rodillos guía proporciona un contacto superficial completo entre las membranas y las dos vías separadas de la cuña caliente dual. Las capas de superficie de las geomembranas están fusionadas, y las dos capas de fusión se presionan mediante un sistema de rodillo de presión inmediatamente detrás de la cuña. Las superficies de membrana están unidas mediante el arreglo en forma de cuña y se presionan mediante los rodillos de presión inmediatamente detrás de la nariz de la cuña, con lo que se realiza la unión. La temperatura de la cuña caliente, la fuerza de rodillo y la velocidad de soldadura, así como la ingeniería del proceso y los parámetros de soldadura pueden controlarse y ajustarse independientemente a los valores correctos necesarios para el material de plástico particular utilizado. La integridad y resistencia de la unión se evaluaron de conformidad con ASTM D 6392. Este método de

45

ES 2 726 128 T3

prueba requiere que los especímenes soldados se someten a ensayo de resistencia al pelado en T y prueba de corte: (a) ñas pruebas de corte en probetas soldadas pueden verificar si existe una elongación apropiada del material inmediatamente adyacente a la soldadura; la prueba de corte se consideró completa una vez que el espécimen alcanzó 50 % de elongación; y (b) el ensayo de resistencia al pelado en T verifica el grado de unión apropiada de la soldadura y se realiza a una velocidad de 50 mm/min.

5

El fPP puede soldarse de manera exitosa a temperaturas más bajas y velocidades más altas que el HDPE/MDPE. El HDPE/MDPE mostró falla de adhesión cuando se soldó a 400°C, mientras que el fPP pudo soldarse de manera exitosa a alta velocidad, incluso a 360°C. La ventana de soldabilidad de HDPE parece cambiar a temperaturas más bajas cuando se mezcla con fPP o LLDPE. El HDPE pudo soldarse de manera exitosa a 400°C cuando se agregó 40% de fPP o 20% de LLDPE.

10

REIVINDICACIONES

1. Una composición de poliolefina que comprende:
 - (a) de 10 por ciento en peso a 50 por ciento en peso de un polímero de olefina termoplástica que tiene una densidad en el intervalo de 0,85 g/cm³ a 0,92 g/cm³ y un módulo de flexión menor que 700 MPa, medido según ISO 178:2010; dicho polímero de olefina termoplástica comprende un polipropileno y un copolímero de olefina,

5 donde el copolímero de olefina se selecciona del grupo que consiste en:

 - (i) un copolímero de etileno con propileno o una olefina CH₂=CHR, donde R es un radical alquilo de 2-8 carbonos y, opcionalmente, cantidades menores de un dieno; o
 - (ii) un copolímero de etileno, propileno y una olefina CH₂=CHR, donde R es un radical alquilo de 2-8 carbonos y,

10 opcionalmente, cantidades menores de un dieno;

los copolímeros contienen etileno en una cantidad de 16 por ciento en peso a 85 por ciento en peso y tienen solubilidad en xileno a temperatura ambiente mayor que 70 por ciento en peso; y
 - (b) 50 por ciento en peso a 90 por ciento en peso de un polietileno seleccionado del grupo que consiste en
 - (i) un polietileno de alta densidad que tiene una densidad mayor o igual que 0,941 g/cm³ y
 - (ii) un polietileno de media densidad que tiene una densidad en el intervalo de 0,926 g/cm³ a 0,940 g/cm³.

15
2. La composición de poliolefina de conformidad con la reivindicación 1, donde el copolímero de olefina tiene un contenido de propileno en el intervalo de 75 por ciento en peso a 96 por ciento en peso y un MFR menor que 100 g/10 min, medido según ISO 1133-1:2011 a 230 grados Celsius/2,16 kg.
3. La composición de poliolefina de conformidad con la reivindicación 1, donde el copolímero de olefina tiene una densidad en el intervalo de 0,857 g/cm³ a 0,908 g/cm³ y una MFR de menos de 30 g/10 min tal como se mide según ISO 1133-1:2011 a 190 grados Celsius/21,6 kg.

20
4. La composición de poliolefina de conformidad con la reivindicación 1, donde el copolímero de olefina contiene etileno en una cantidad menor o igual que 40 por ciento en peso.
5. La composición de poliolefina de conformidad con la reivindicación 1, donde el polímero de olefina termoplástica es una composición heterofásica preparada mediante polimerización secuencial en al menos dos etapas seleccionadas del grupo que consiste en

25

 - (a) una composición de polímero de olefina que consiste en:
 - (i) de 10 por ciento a 60 por ciento de un homopolímero de propileno con índice isotáctico en el intervalo de 90 a 99 por ciento o un copolímero de propileno cristalino con etileno, con una olefina CH₂=CHR, donde R es un radical alquilo de 2-8 carbonos o combinaciones ellos, que contienen más que 85 por ciento en peso de propileno y que tienen un índice isotáctico en el intervalo de 85 por ciento a 99 por ciento;

30
 - (ii) de 8 por ciento a 40 por ciento de una fracción de copolímero de etileno semicristalino que contiene etileno y propileno, que tiene un contenido de etileno mayor que 50 por ciento e insoluble en xileno a temperatura ambiente; y
 - (iii) de 30 por ciento a 60 por ciento de una fracción de copolímero de etileno-propileno amorfo, que opcionalmente contiene pequeñas porciones de un dieno, soluble en xileno a temperatura ambiente y que contiene 40 por ciento en peso a 70 por ciento en peso de etileno; y

35
 - (b) una composición de polímero de olefina que consiste esencialmente en:
 - (i) de 10 por ciento a 50 por ciento de un homopolímero de propileno que tiene un índice isotáctico mayor que 80 o un copolímero seleccionado del grupo que consiste en

40

 - (A) y etileno,
 - (B) propileno, etileno y una alfa-olefina CH₂=CHR, donde R es un alquilo lineal o ramificado C₂₋₈ y
 - (C) propileno y una alfa-olefina CH₂=CHR, donde R es un alquilo lineal o ramificado C₂₋₈;

el copolímero contiene más que 80 por ciento de propileno y tiene un índice isotáctico mayor que 80;
 - (ii) menor o igual que 20 por ciento de una fracción de copolímero insoluble en xileno a temperatura ambiente; y
- de 40 por ciento a 80 por ciento de una fracción de copolímero seleccionado del grupo que consiste en un copolímero de:

45

- (A) etileno y propileno, donde el copolímero contiene de 20 por ciento a menos que 40 por ciento de etileno,
- (B) etileno, propileno y una alfa-olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un alquilo lineal o ramificado C_{2-8} , la alfa-olefina está presente en una cantidad de 1 por ciento a 10 por ciento y la cantidad de etileno y alfa-olefina presente es de 20 por ciento a menos que 40 por ciento; y
- 5 (C) etileno y una alfa-olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un alquilo lineal o ramificado C_{2-8} que contiene de 20 % a menos que 40 % de la alfa-olefina y, opcionalmente, con 0,5 por ciento a 10 por ciento de un dieno;
- la fracción de copolímero es soluble en xileno a temperatura ambiente y tiene una viscosidad intrínseca de 1,5 dl/g a 10,0 dl/g;
- 10 donde el total de las fracciones (vi) y (biii), en función de la composición de polímero de olefina total, es de 50% a 90%, y siendo la relación ponderal de (vi)/(biii) menor que 0,4.
6. La composición de poliolefina de acuerdo con la reivindicación 5, en donde el componente (b)(ii) se selecciona del grupo que consiste en
- (A) etileno y propileno que contiene más que 55 por ciento de etileno,
- 15 (B) etileno, propileno y una alfa-olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un alquilo lineal o ramificado C_{2-8} , que contiene de 1 por ciento a 10 por ciento de la alfa-olefina y más que 55 por ciento de etileno y alfa-olefina y
- (C) etileno y una alfa-olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un alquilo lineal o ramificado C_{2-8} que contiene más que 55 por ciento de la alfa-olefina.
7. La composición de poliolefina de conformidad con la reivindicación 1, donde el polímero de olefina termoplástica tiene un módulo de flexión menor que 400 MPa.
- 20 8. La composición de poliolefina de conformidad con la reivindicación 1, donde el copolímero de olefina tiene un MFR en el intervalo de 0,05 g/10 min a 40 g/10 min, medido según ISO 1133-1:2011 a 230 grados Celsius/2,16 kg.
9. La composición de poliolefina de conformidad con la reivindicación 1, donde el polímero de olefina termoplástica tiene un contenido de etileno en el intervalo de 15 por ciento en peso a 50 por ciento en peso.
- 25 10. La composición de poliolefina de conformidad con la reivindicación 1, donde el polímero de olefina termoplástica tiene un contenido soluble en xileno (XS) a temperatura ambiente mayor que 30 por ciento en peso.
11. La composición de poliolefina de conformidad con la reivindicación 10, donde el contenido de XS es mayor que 60 por ciento en peso.
12. Un artículo de fabricación preparado a partir de una composición de poliolefina que comprende:
- 30 (a) de 10 por ciento en peso a 50 por ciento en peso de un polímero de olefina termoplástica que tiene una densidad en el intervalo de 0,85 g/cm³ a 0,92 g/cm³ un módulo de flexión menor que 700 MPa, medido según ISO 178:2010, donde el polímero de olefina termoplástica comprende un polipropileno y un copolímero de olefina,
- donde el copolímero de olefina se selecciona del grupo que consiste en:
- (i) un copolímero de etileno con propileno o una olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un radical alquilo de 2-8 carbonos y, opcionalmente, cantidades menores de un dieno; o
- 35 (ii) un copolímero de etileno, propileno y una olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un radical alquilo de 2-8 carbonos y, opcionalmente, cantidades menores de un dieno;
- los copolímeros contienen etileno en una cantidad de 16 por ciento en peso a 85 por ciento en peso y tienen solubilidad en xileno a temperatura ambiente mayor que 70 por ciento en peso; y
- (b) 50 por ciento en peso a 90 por ciento en peso de un polietileno seleccionado del grupo que consiste en
- 40 (i) un polietileno de alta densidad que tiene una densidad mayor o igual que 0,941 g/cm³ y
- (ii) un polietileno de media densidad que tiene una densidad en el intervalo de 0,926 g/cm³ a 0,940 g/cm³.
13. El artículo de fabricación de acuerdo con la reivindicación 12, en donde el artículo es una lámina, una membrana para techo, una geomembrana, un revestimiento blando, una cinta trefilada, una fibra trefilada o un filamento trefilado.
14. Una geomembrana preparada a partir de una composición de poliolefina que comprende:
- 45 (a) de 10 por ciento en peso a 50 por ciento en peso de un polímero de olefina termoplástica que tiene una densidad en el intervalo de 0,85 g/cm³ a 0,92 g/cm³ un módulo de flexión menor que 700 MPa, medido según ISO 178:2010,

donde el polímero de olefina termoplástica comprende un polipropileno y un copolímero de olefina, donde el copolímero de olefina se selecciona del grupo que consiste en:

(i) un copolímero de etileno con propileno o una olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un radical alquilo de 2-8 carbonos y, opcionalmente, cantidades menores de un dieno; o

5 (ii) un copolímero de etileno, propileno y una olefina $\text{CH}_2=\text{CHR}$, donde R es un radical alquilo de 2-8 carbonos y, opcionalmente, cantidades menores de un dieno;

los copolímeros contienen etileno en una cantidad de 16 por ciento en peso a 85 por ciento en peso y tienen una solubilidad en xileno a temperatura ambiente mayor que 70 por ciento en peso.

y

10 (b) 50 por ciento en peso a 90 por ciento en peso de un polietileno que tiene una densidad mayor que $0,926 \text{ g/cm}^3$.