

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 802 626**

51 Int. Cl.:

C08K 5/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.03.2012 PCT/US2012/029010**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.09.2012 WO12125686**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.03.2012 E 12710628 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.04.2020 EP 2686378**

54 Título: **Composiciones basadas en etileno**

30 Prioridad:

14.03.2011 US 201161452252 P

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

20.01.2021

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**BAKER, CARL F. y
HO, THOI H.**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

Observaciones:

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o
Bemerkungen) en el folleto original publicado por
la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 802 626 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 basadas en etileno

Antecedentes

5 Las tuberías formadas a partir de composiciones de polietileno se usan comúnmente para el transporte de agua potable fría. Sin embargo, cuando se calienta el agua potable, sus agentes de desinfección (principalmente cloro) se convierten en agentes de oxidación más agresivos y pueden reaccionar con la resina de polietileno utilizada para formar la tubería. El enfoque actual es utilizar un polietileno reticulado con el fin de cumplir con los requisitos generales de la aplicación de tuberías. Estos requisitos incluyen, entre otros, la capacidad de presión hidrostática, el rendimiento de el "ensayo de explosión", el rendimiento de el "ensayo de temperatura y presión excesiva", el rendimiento de el "ensayo de resistencia al cloro", los ESCR y los bajos niveles de toxicología. Sin embargo, los polietilenos reticulados requieren etapas de procesamiento adicionales, y típicamente costosas, y tales resinas típicamente no son reprocesables debido a su naturaleza reticulada. Además, las composiciones de polietileno reticulado son típicamente propensas a reacciones secundarias adicionales que conducen a problemas de sabor y/u olor. Existe la necesidad de composiciones de polímeros a base de etileno, no reticuladas y adecuadas para aplicaciones de agua potable fría y caliente.

La Publicación internacional WO 2005/056657 describe materiales de polietileno estabilizados con un sistema antioxidante y que ofrecen un equilibrio ventajoso de propiedades térmicas, mecánicas y de procesamiento, y que mantienen propiedades físicas en agua clorada. Las tuberías formadas a partir de dichos materiales muestran resistencia tanto al cloro como al oxígeno.

20 Otras composiciones de polímeros para tubos, películas y/u otros artículos se describen en las siguientes referencias: Publicaciones Internacionales Nos. WO 2008/153586, WO 2008/051824, WO 2003/020821, WO 2008/141026, WO 2006/124226, WO; patentes de EE.UU. Nos. US 7250473, US 7086421; Publicación de EE.UU. No. US 20080017268; referencias de patentes japonesas JP2217682A (Resumen) y JP1030988A (Resumen), JP2007031699A (Resumen).

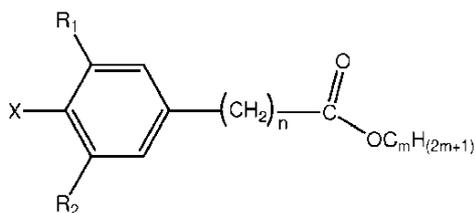
25 Sin embargo, como se discutió, sigue existiendo la necesidad de composiciones mejoradas de polímeros basados en etileno no reticulados, adecuados para aplicaciones de agua potable fría y caliente. Estas necesidades y otras han sido satisfechas por la siguiente invención.

Sumario de la invención

En el primer aspecto, la invención proporciona una composición que comprende lo siguiente:

30 A) un polímero a base de etileno no reticulado;

B) un compuesto seleccionado de Fórmula 1:



(Fórmula 1),

en donde R1 y R2 se seleccionan cada uno independientemente de un grupo alquilo C1-C20,

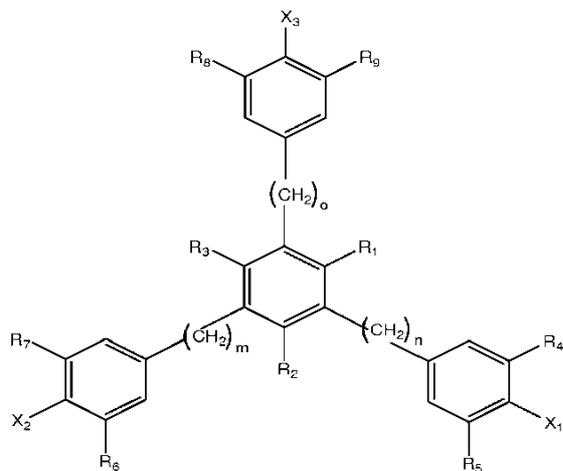
X es OH

35 n es de 1 a 10, y

m es de 10 a 30,

y en donde este compuesto está presente en una cantidad mayor que o igual a 500 ppm, basado en el peso total de la composición;

C) un compuesto seleccionado de la Fórmula 2:



(Fórmula 2),

n donde R1, R2 y R3 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20;

R4, R5, R6, R7, R8 y R9 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20,

5 X1, X2 y X3 son cada uno OH,

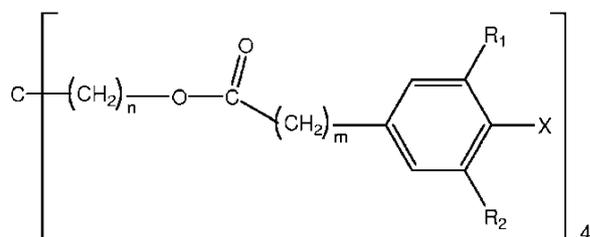
n es de 1 a 6,

m es de 1 a 6, y

o es de 1 a 6;

y en donde la relación en peso del componente C al Componente B (C/B) es mayor que 1;

10 en donde la composición comprende, además, el Componente D seleccionado de Fórmula 3:



(Fórmula 3),

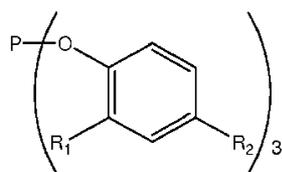
en donde R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20,

X es OH,

n es de 1 a 10, y

15 m es de 1 a 10;

en donde la relación en peso del componente D al componente B (D/B) es de 0,5 a 2,5; que comprende, además, el componente E seleccionado de Fórmula 4:

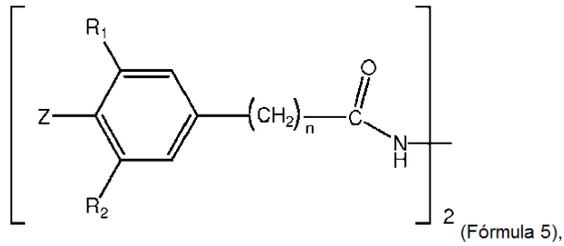


(Fórmula 4),

en donde R1 y R2 se seleccionan cada uno independientemente de un grupo alquilo C1-C20,

20 en donde la relación en peso del Componente E al Componente B (E/B) es de 0.5 a 2;

en donde la composición comprende además el Componente F seleccionado de Fórmula 5:



en donde R1 y R2 se seleccionan cada uno independientemente de un grupo alquilo C1-C20;

Z es OH y

5 es de 1 a 10.

En un aspecto adicional, la invención proporciona el artículo de la reivindicación 10.

Breve descripción de los dibujos

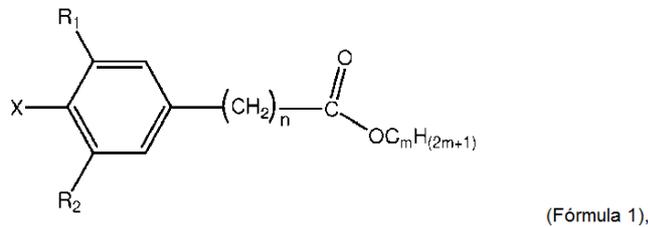
10 La Figura 1 muestra las isotermas calculadas (tensión frente al tiempo hasta el fallo) de tuberías formadas a partir del Ejemplo 2 de la invención, el Ejemplo 3 de la invención 3 y el Ejemplo Comparativo B. El "Log Tiempo al Fallo" aumenta de izquierda a derecha, y el "Log Esfuerzo" aumenta desde abajo hasta arriba.

Descripción detallada

Como se discutió anteriormente, la invención proporciona una composición que comprende lo siguiente:

A) un polímero a base de etileno no reticulado;

B) un compuesto seleccionado de Fórmula 1:



15

en donde R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20,

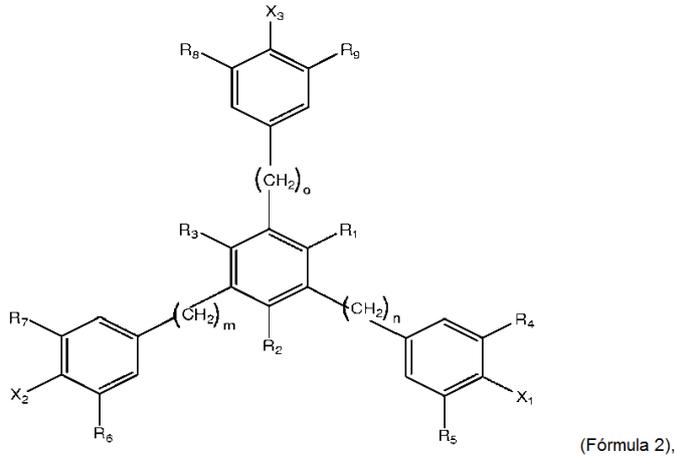
X es OH,

n es de 1 a 10, y

m es de 10 a 30,

20 y en donde este compuesto está presente en una cantidad mayor que o igual a 500 ppm, o mayor que, o igual a 750 ppm, mayor que o igual a 900 ppm, basado en el peso total de la composición;

C) un compuesto seleccionado de la Fórmula 2:



en donde R1, R2 y R3 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20;
 R4, R5, R6, R7, R8 y R9 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20,

5 X1, X2 y X3 son cada uno OH,

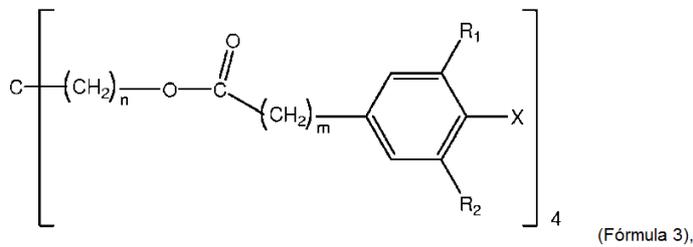
n es de 1 a 6,

m es de 1 a 6, y

o es de 1 a 6;

y en donde la relación en peso del Componente C al Componente B (C/B) es mayor que 1;

10 en donde la composición comprende, además, el Componente D seleccionado de Fórmula 3:



en donde R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20,

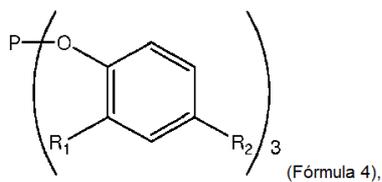
X es OH,

n es de 1 a 10, y

15 m es de 1 a 10;

en donde la relación en peso del componente D al componente B (D/B) es de 0,5 a 2,5;

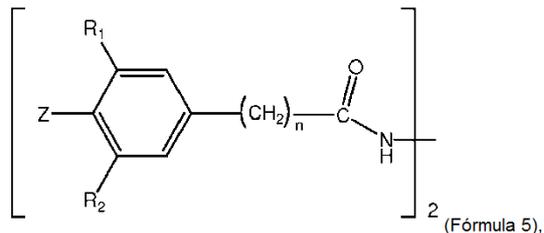
que comprende, además, el componente E seleccionado de Fórmula 4:



en donde R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20,

20 en donde la relación en peso del Componente E al Componente B (E/B) es de 0,5 a 2;

en donde la composición comprende, además, el Componente F seleccionado de Fórmula 5:



en donde R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20;

Z es OH y

5 n es de 1 a 10.

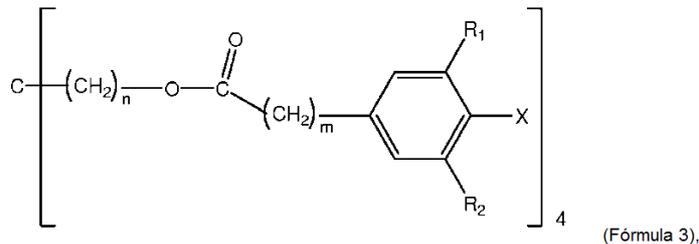
Una composición de la invención puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en este documento.

En una realización, la relación en peso de C/B es de 1 a 6, o de 1,5 a 4, o de 2 a 3.

10 En una realización, el Componente B está presente en una cantidad de 800 a 2500, o de 800 a 2000, o de 1000 a 1500 ppm, basado en el peso de la composición.

En una realización, el Componente C está presente en una cantidad de 1000 a 3000 ppm, o de 1500 a 2500, o de 2000 a 2300 ppm, basado en el peso de la composición.

La composición comprende, además, el Componente D seleccionado de Fórmula 3:



15 en donde R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20,

X es OH,

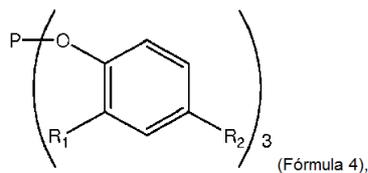
n es de 1 a 10, y

m es de 1 a 10.

La relación en peso del Componente D al Componente B (D/B) es de 0,5 a 2,5, o de 1 a 2,0, o de 1,3 a 1,6.

20 En una realización, el Componente D está presente en una cantidad de 500 a 2500 ppm, basado en el peso de la composición.

La composición comprende, además, el Componente E seleccionado de Fórmula 4:

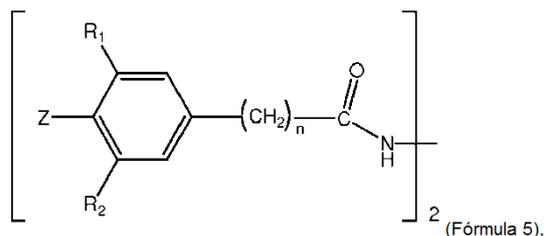


en donde R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20.

25 La relación en peso del Componente E al Componente B (E/B) es de 0,5 a 2, o de 0,8 a 1,5, o de 0,9 a 1,3.

En una realización, el Componente E está presente en una cantidad de 500 a 1500 ppm, basado en el peso de la composición.

La composición comprende, además, el Componente F seleccionado de Fórmula 5:



en donde R1 y R2 se seleccionan cada uno independientemente de un grupo alquilo C1-C20;

Z es OH y

5 n es de 1 a 10.

En una realización, el polímero a base de etileno tiene una densidad de 0,930 a 0,960 g/cc, o de 0,940 a 0,955 g/cc, o de 0,945 a 0,955 g/cc (1 cc = 1 cm³).

En una realización, el polímero a base de etileno tiene un índice de fusión (I₂) de 0,01 a 5 g/10 min, o de 0,02 a 4 g/10 min.

10 En una realización, el polímero a base de etileno tiene un alto índice de fusión de carga (I₂₁) de 1 a 15 g/10 min, o de 2 a 12 g/10 min, o de 3 a 10 g/10 min.

En una realización, el polímero a base de etileno tiene una distribución de peso molecular de 10 a 30, o de 12 a 28, o de 15 a 25, según se determina por GPC convencional.

15 En una realización, el polímero a base de etileno tiene una distribución de peso molecular de 15 a 20, según se determina por GPC convencional.

En una realización, el polímero a base de etileno es una mezcla que comprende al menos dos polímeros.

20 En una realización, el polímero a base de etileno comprende un interpolímero de etileno/α-olefina, y preferiblemente un copolímero de etileno/α-olefina. α-olefinas adecuadas incluyen, por ejemplo, propileno, 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno. En una realización adicional, el polímero a base de etileno comprende, además, un homopolímero de polietileno.

En una realización, el polímero a base de etileno es un polímero multimodal.

En una realización, el polímero a base de etileno es un polímero bimodal.

En una realización, el polímero a base de etileno es un polímero unimodal.

25 Un polímero a base de etileno puede comprender dos o más realizaciones como se describe en el presente documento.

La invención también proporciona un artículo que comprende al menos un componente formado a partir de una composición de la invención.

En una realización, el artículo es una tubería.

En una realización, la tubería es una tubería monocapa.

30 En una realización, la tubería es una tubería de múltiples capas.

En una realización, la tubería se usa para transportar y/o contener agua clorada a una temperatura superior o igual a 22,8 °C (73°F).

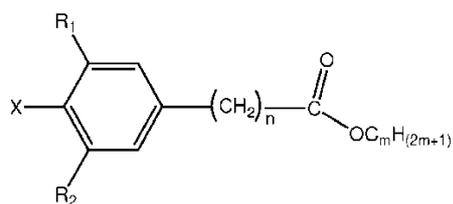
Una composición de la invención puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en este documento.

35 Un artículo de la invención puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en este documento.

Una tubería de la invención puede comprender una combinación de dos o más realizaciones como se describe en este documento.

Antioxidantes

Antioxidantes incluyen las siguientes fórmulas 1-5. La fórmula 1 se muestra a continuación.



(Fórmula 1),

En la Fórmula 1, R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20;

5 X es OH,

n es de 1 a 10; y

m es de 10 a 30.

Ejemplos de alquilos C1-C20 incluyen metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, sec.-butilo, iso-butilo, terc-butilo, n-pentilo, neopentilo, n-hexilo y ciclohexilo.

10 En una realización, en la Fórmula 1, R1 y R2 son, cada uno independientemente, un alquilo C1-C10, un alquilo C1-C6, un alquilo C1-C4, un alquilo C2-C4 o un alquilo C3-C4. En una realización adicional, R1 y R2 son, cada uno independientemente, un alquilo C4.

En una realización, en la Fórmula 1, R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de n-butilo, sec.-butilo, iso-butilo, terc-butilo. En una realización adicional, R1 y R2 son cada uno terc-butilo.

15 En una realización, en la Fórmula 1, R1 y R2 son el mismo sustituyente alquilo.

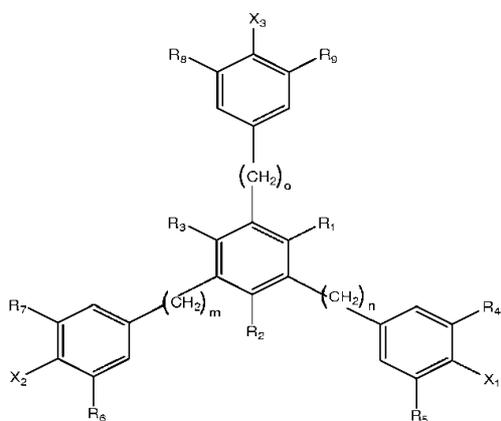
En una realización, en la Fórmula 1, n es de 1-5. En una realización adicional, n es de 1 a 2. En una realización adicional, n es 2.

En una realización, en la Fórmula 1, m es de 15-20. En una realización adicional, m es 18.

20 En una realización, la Fórmula 1 es 3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato de octadecilo (CAS 002082-79-3), disponible como IRGANOX 1076.

Una estructura de Fórmula 1 puede comprender una combinación de dos o más de las realizaciones anteriores.

La fórmula 2 se muestra a continuación.



(Fórmula 2),

En la Fórmula 2, R1, R2 y R3 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20;

25 R4, R5, R6, R7, R8 y R9 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20;

X1, X2 y X3 son cada uno OH;

n es de 1 a 6;

m es de 1 a 6; y

o es de 1 a 6.

5 Ejemplos de alquilos C1-C20 incluyen metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, sec.-butilo, iso-butilo, terc-butilo, n-pentilo, neopentilo, n-hexilo y ciclohexilo.

En una realización, en la Fórmula 2, R1, R2 y R3 son, cada uno independientemente, un alquilo C1-C10, un alquilo C1-C5, un alquilo C1-C3, un alquilo C1-C3 o un alquilo C1-C2. En una realización adicional, R1, R2 y R3 son, cada uno independientemente, un alquilo C1.

10 En una realización, en la Fórmula 2, R1, R2 y R3 se seleccionan, cada uno independientemente, de metilo o etilo. En una realización adicional, R1, R2 y R3 son cada uno metilo.

En una realización, en la Fórmula 2, R1, R2 y R3 son el mismo sustituyente alquilo.

En una realización, en la Fórmula 2, R4, R5, R6, R7, R8 y R9 se seleccionan, cada uno independientemente, de un alquilo C1-C10, un alquilo C1-C6, un alquilo C1-C4, un alquilo C2-C4 o un alquilo C3-C4. En una realización adicional, R4, R5, R6, R7, R8 y R9 son, cada uno independientemente, un alquilo C4.

15 En una realización, en la Fórmula 2, R4, R5, R6, R7, R8 y R9 se seleccionan, cada uno independientemente, de n-butilo, sec.-butilo, iso-butilo, terc-butilo. En una realización adicional, R4, R5, R6, R7, R8 y R9 son cada uno terc-butilo.

En una realización, en la Fórmula 2, R4, R5, R6, R7, R8 y R9 son el mismo sustituyente alquilo.

20 En una realización, en la Fórmula 2, n es de 1-4. En una realización adicional, n es de 1 a 2. En una realización adicional, n es 1.

En una realización, en la Fórmula 2, m es de 1-4. En una realización adicional, m es de 1 a 2. En una realización adicional, m es 1.

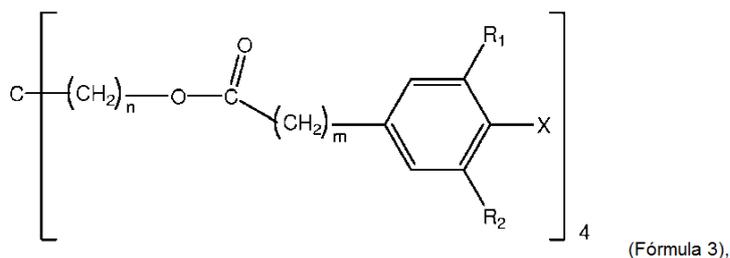
En una realización, en la Fórmula 2, o es de 1-4. En una realización adicional, o es de 1 a 2. En una realización adicional, o es 1.

25 En una realización, en la Fórmula 2, m = n = o.

En una realización, la Fórmula 2 es 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-di-t-butil-4-hidroxi-bencil)benzeno (IRGANOX 1330).

Una estructura de Fórmula 2 puede comprender una combinación de dos o más de las realizaciones anteriores.

La fórmula 3 se muestra a continuación.



30 En la Fórmula 3, R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20;

X es OH;

n es de 1 a 10; y

m es de 1 a 10.

35 Ejemplos de alquilos C1-C20 incluyen metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, sec.-butilo, iso-butilo, terc-butilo, n-pentilo, neopentilo, n-hexilo y ciclohexilo.

En una realización, en la Fórmula 3, R1 y R2 son, cada uno independientemente, un alquilo C1-C10, un alquilo C1-C6, un alquilo C1-C4, un alquilo C2-C4, o un alquilo C3-C4. En una realización adicional, R1 y R2 son, cada uno independientemente, un alquilo C4.

En una realización, en la Fórmula 3, R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de n-butilo, sec.-butilo, iso-butilo, terc-butilo. En una realización adicional, R1 y R2 son cada uno terc-butilo.

En una realización, en la Fórmula 3, R1 y R2 son el mismo sustituyente alquilo.

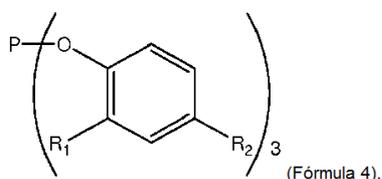
5 En una realización, en la Fórmula 3, n es de 1-6. En una realización adicional, n es de 1 a 4. En una realización adicional, n es de 1 a 2. En una realización adicional, n es 1.

En una realización, en la Fórmula 3, m es de 1-6. En una realización adicional, m es de 1 a 4. En una realización adicional, m es de 1 a 2. En una realización adicional, m es 2.

En una realización, la Fórmula 3 es IRGANOX 1010. Pentaeritritol tetrakis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil) propionato) (CAS 6683-19-8) disponible como IRGANOX 1010 (Ciba Specialty Chemicals).

10 Una estructura de Fórmula 3 puede comprender una combinación de dos o más de las realizaciones anteriores.

La Fórmula 4 se muestra a continuación.



En la Fórmula 4, R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20.

15 Ejemplos de alquilos C1-C20 incluyen metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, sec.-butilo, iso-butilo, terc-butilo, n-pentilo, neopentilo, n-hexilo y ciclohexilo.

En una realización, en la Fórmula 4, R1 y R2 son, cada uno independientemente, un alquilo C1-C10, un alquilo C1-C6, un alquilo C1-C4, un alquilo C2-C4 o un alquilo C3-C4. En una realización adicional, R1 y R2 son, cada uno independientemente, un alquilo C4.

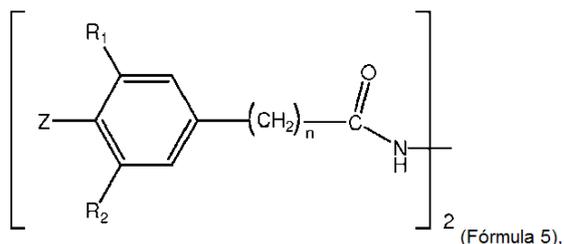
20 En una realización, en la Fórmula 4, R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de n-butilo, sec.-butilo, iso-butilo, terc-butilo. En una realización adicional, R1 y R2 son cada uno terc-butilo.

En una realización, en la Fórmula 4, R1 y R2 son el mismo sustituyente alquilo.

En una realización, la Fórmula 4 es tris-(2,4-di-terc-butilfenil) fosfato (CAS 31570-04-4) disponible como IRGAFOS 168.

Una estructura de Fórmula 4 puede comprender una combinación de dos o más de las realizaciones anteriores.

La Fórmula 5 se muestra a continuación.



25 En la Fórmula 5, R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20; Z es OH; y

n es de 1 a 10.

30 Ejemplos de alquilos C1-C20 incluyen metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, sec.-butilo, iso-butilo, terc-butilo, n-pentilo, neopentilo, n-hexilo y ciclohexilo.

En una realización, en la Fórmula 5, R1 y R2 son, cada uno independientemente, un alquilo C1-C10, un alquilo C1-C6, un alquilo C1-C4, un alquilo C2-C4 o un alquilo C3-C4. En una realización adicional, R1 y R2 son, cada uno independientemente, un alquilo C4.

En una realización, en la Fórmula 5, R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de n-butilo, sec.-butilo, iso-butilo, terc-butilo. En una realización adicional, R1 y R2 son cada uno terc-butilo.

En una realización, en la Fórmula 5, R1 y R2 son el mismo sustituyente alquilo.

5 En una realización, en la Fórmula 5, n es de 1-5. En una realización adicional, n es de 1 a 2. En una realización adicional, n es 2.

En una realización, la Fórmula 5 es IRGANOX MD-1024. 2',3-bis[[3-[3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil]propionil]]propionohidrazida. (CAS 32687-78-8) disponible como IRGANOX MD 1024.

Una estructura de Fórmula 5 puede comprender una combinación de dos o más de las realizaciones anteriores.

10 Antioxidantes adicionales incluyen 1,3,5-tris(3,5-di-terc-butil-4-hidroxibencil)-1,3,5-triazina-2,4,6(1H,3H,5H) -triona (CAS 2767-62-6) disponible como IRGANOX 3114; 1,3,5-TRIS(4-terc-butil-3-hidroxi-2,6-dimetilbencil)-1,3,5-triazina-2,4,6-(1H,3H,5H)-triona (CAS 040601-76) disponible como CYANOX 1790 (CyTech Industries); bis-(3-(5-terc-butil-4-hidroxim-tolil)-propionato) de etilenbis(oxietileno) (CAS 36443-68-2) disponible como IRGANOX 245; bis(3,5-di(terc)-butil-4-hidroxihidrocinnamato de 1,6-hexametileno (CAS 35074-77-2) disponible como IRGANOX 259; bis[3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato] de tiodietileno (CAS 41484-35-9) disponible como IRGANOX 1035; DOVERFOS 9228; 2,2'-oxalildiamidobis[3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato de etilo] (disponible como Naugard™ XL1); y mezclas de los mismos.

15

Los auxiliares de procesamiento, estabilizadores UV, otros antioxidantes, pigmentos o colorantes, también se pueden usar ventajosamente con las composiciones de la presente invención.

Aplicaciones

20 La invención también proporciona un artículo que comprende al menos un componente formado a partir de una composición de la invención. Se puede obtener un artículo mediante técnicas de conversión conocidas adecuadas, aplicando calor, presión o una combinación de las mismas, para obtener el artículo conformado. Técnicas de conversión adecuadas incluyen, por ejemplo, moldeo por soplado, moldeo por soplado por co-extrusión, moldeo por inyección, moldeo por inyección y estirado por soplado, moldeo por compresión, extrusión, pultrusión, calandrado y termoconformación. Artículos incluyen películas, láminas, fibras, perfiles, molduras y tuberías.

25

Las composiciones de la invención son particularmente adecuadas para aplicaciones duraderas, especialmente tuberías, sin la necesidad de reticulación. Tuberías que comprenden al menos un componente (por ejemplo, una capa de tubería) formado a partir de una composición de la invención son otro aspecto de la presente invención. Tuberías incluyen tuberías monocapa, así como tuberías multicapa, incluidas las tuberías compuestas multicapa. 30 Las tuberías monocapa consisten en una capa de tubería hecha de una composición de la invención. Las tuberías compuestas multicapa comprenden dos o más capas de tubería, en donde al menos una capa de tubería se forma a partir de una composición de la invención. Ejemplos de tuberías multicapa incluyen tuberías compuestas de tres capas con la estructura general PE/Adhesivo/Barrera, o tuberías de cinco capas con la estructura general PE/Adhesivo/Barrera/Adhesivo/PE o Poliolefina/Adhesivo/Barrera/Adhesivo/PE. En estas estructuras, al menos una 35 capa de PE se forma a partir de una composición de la invención. Poliolefinas adecuadas (o polímeros basados en olefinas) incluyen, por ejemplo, polímeros basados en etileno de alta densidad (por ejemplo, homopolímeros e interpolímeros), polímeros basados en propileno (p. ej., homopolímeros e interpolímeros) y polímeros basados en butileno (homopolímeros e interpolímeros). La capa de barrera puede ser un polímero orgánico capaz de proporcionar las propiedades de barrera deseadas, tales como un copolímero de etileno-alcohol vinílico (EVOH) o un 40 metal, por ejemplo, aluminio o acero inoxidable.

Definiciones

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

45 El término "polímero", como se usa en el presente documento, se refiere a un compuesto polimérico preparado polimerizando monómeros, ya sea del mismo tipo o de un tipo diferente. El término genérico polímero abarca así el término homopolímero (empleado para referirse a polímeros preparados a partir de un solo tipo de monómero, con el entendimiento de que se pueden incorporar cantidades traza de impurezas en la estructura del polímero), y el término interpolímero como se define más adelante.

50 El término "interpolímero", como se usa en el presente documento, se refiere a polímeros preparados mediante la polimerización de al menos dos tipos diferentes de monómeros. El término genérico interpolímero, por lo tanto, incluye copolímeros (empleados para referirse a polímeros preparados a partir de dos tipos diferentes de monómeros) y polímeros preparados a partir de más de dos tipos diferentes de monómeros.

La expresión "polímero a base de olefina", como se usa en el presente documento, se refiere a un polímero que

comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de olefina, por ejemplo, etileno o propileno (basado en el peso del polímero), y opcionalmente puede comprender uno o más comonómeros.

5 La expresión "polímero a base de etileno", como se usa en el presente documento, se refiere a un polímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de etileno (basado en el peso del polímero), y opcionalmente puede comprender uno o más comonómeros.

La expresión "interpolímero de etileno/ α -olefina", como se usa en el presente documento, se refiere a un interpolímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de etileno (basado en el peso del interpolímero) y al menos una α -olefina.

10 La expresión "copolímero de etileno/ α -olefina", como se usa en el presente documento, se refiere a un copolímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de etileno (basado en el peso del copolímero) y una α -olefina, como los únicos dos tipos de monómero.

La expresión "polímero a base de propileno", como se usa en el presente documento, se refiere a un polímero que comprende, en forma polimerizada, una cantidad mayoritaria de monómero de propileno (basado en el peso del polímero), y opcionalmente puede comprender uno o más comonómeros.

15 La expresión "procesamiento en masa fundida" se usa para referirse a cualquier proceso en el que el polímero se ablanda o funde, tal como extrusión, granulación, soplado y fundición de películas, termoconformación y composición en forma de masa fundida de polímero.

20 El término "mezcla" o la expresión "mezcla de polímeros", como se usan en el presente documento, significan una mezcla de dos o más polímeros. Tal mezcla puede o no ser miscible. Tal mezcla puede o no estar separada por fases. Tal combinación puede contener o no una o más configuraciones de dominio, según se determina por microscopía electrónica de transmisión, dispersión de luz, dispersión de rayos X y otros métodos conocidos en la técnica.

25 Las expresiones "que comprende", "que incluye", "que tiene" y sus derivados, no pretenden excluir la presencia de componente, etapa o procedimiento adicional alguno, independientemente de si el mismo se describe específicamente o no. Con el fin de evitar cualquier duda, todas las composiciones reivindicadas mediante el uso de la expresión "que comprende" pueden incluir cualquier aditivo, adyuvante o compuesto adicional, ya sea polimérico o no, a menos que se indique lo contrario. En contraste, la expresión "que consiste esencialmente en" excluye del alcance de cualquier recitación posterior cualquier otro componente, paso o procedimiento, excepto aquellos que no son esenciales para la operabilidad. La expresión "que consiste en" excluye cualquier componente, paso o procedimiento que no esté específicamente delineado o enumerado.

30

Métodos de Ensayo

35 La densidad de la resina se midió por el método de desplazamiento de Arquímedes, ASTM D 792-00, Método B, en isopropanol. Las muestras se midieron en el espacio de una hora de moldeo, después del acondicionamiento en el baño de isopropanol a 23°C durante ocho minutos para lograr el equilibrio térmico antes de la medición. Las muestras se moldearon por compresión de acuerdo con ASTM D-4703-00, Anexo A, con un período de calentamiento inicial de cinco minutos a aproximadamente 190°C, y una tasa de enfriamiento de 15°C/min por el Procedimiento C. Cada muestra se enfrió a 45°C en la prensa, con enfriamiento continuo hasta "frío al tacto".

Las mediciones del índice de fusión se realizaron de acuerdo con ASTM D-1238-04, Condición 190°C/2,16 kg y Condición 190°C/21,6 kg, que se conocen como I₂ e I₂₁, respectivamente.

40 *Cromatografía de permeación en gel (GPC)*

45 El peso molecular del polímero se caracterizó por cromatografía de permeación en gel con triple detector de alta temperatura (3D-GPC). El sistema cromatográfico consistió en un cromatógrafo "150°C de alta temperatura" de Waters (Millford, MA), equipado con un detector de dispersión de luz láser de 2 ángulos de Precision Detectors (Amherst, MA), Modelo 2040, y un detector de viscosímetro diferencial de 4 capilares, Modelo 150R, de VISCOTEK (Houston, TX). El ángulo de 15° del detector de dispersión de luz se utilizó para fines de cálculo. La concentración se midió mediante un detector de infrarrojos (IR4) de PolymerChar, Valencia, España.

50 La recopilación de datos se realizó utilizando el software Viscotek TriSEC versión 3 y un VISCOTEK Data Manager DM400 de 4 canales. El sistema estaba equipado con un dispositivo de desgasificación de disolventes en línea de Polymer Laboratories. El compartimiento del carrusel se hizo funcionar a 150°C, y el compartimiento de la columna se hizo funcionar a 150°C. Las columnas eran cuatro columnas POLYMER LAB Mix-A de 30 cm y 20 micras. Las soluciones de polímero se pueden preparar en 1,2,4-triclorobenceno (TCB) o decahidronaftaleno (decalina). Cada una de las muestras se preparó en decalina. Cada una de las muestras se preparó a una concentración de 0,1 gramos de polímero en 50 ml de disolvente. El disolvente cromatográfico y el disolvente de preparación de muestra contenían 200 ppm de hidroxitolueno butilado (BHT). Ambas fuentes de disolvente fueron rociadas con nitrógeno.

55 Las muestras de polietileno se agitaron suavemente a 160°C durante cuatro horas. El volumen de inyección fue de

200 µl, y el caudal fue de 1,0 ml/minuto.

La calibración del conjunto de columnas GPC se realizó con 21 patrones de poliestireno de distribución de peso molecular estrecha. Los pesos moleculares de los patrones oscilaron entre 580 y 8,400,000, y se organizaron en 6 mezclas de "cóctel", con al menos una década de separación entre los pesos moleculares individuales.

- 5 Los pesos moleculares máximos estándar de poliestireno se convirtieron en pesos moleculares de polietileno utilizando la siguiente ecuación (como se describe en Williams y Ward, J. Polym. Sci., Polym. Let., 6, 621 (1968)):

$$M_{\text{polietileno}} = A \times (M_{\text{poliestireno}})^B \quad (1A),$$

en que M es el peso molecular, A tiene un valor de 0.39 y B es igual a 1,0.

Se usó un polinomio de quinto orden para ajustar los respectivos puntos de calibración equivalentes de polietileno.

- 10 El recuento total de placas del conjunto de la columna GPC se realizó con Eicosano (preparado a "0,04 g en 50 mililitros de TCB" y se disolvió durante 20 minutos con agitación suave). El recuento de placas y la simetría se midieron en una inyección de 200 microlitros de acuerdo con las siguientes ecuaciones:

$$\text{Recuentos de Placas} = 5,54 * (\text{RV a Pico Máximo} / (\text{Ancho de pico a } \frac{1}{2} \text{ altura}))^2 A$$

en que RV es el volumen de retención en mililitros, y el ancho máximo es en mililitros.

- 15 Simetría =
$$\frac{(\text{Ancho pico trasero a un décimo de altura} - \text{RV a Pico máximo})}{(\text{RV a Pico Máximo} - \text{Ancho pico delantero a un décimo de altura})} \quad (3A)$$

en que RV es el volumen de retención en mililitros, y el ancho máximo es en mililitros.

- 20 El Enfoque Sistemático para la determinación de las compensaciones de detectores múltiples se realizó de manera consistente con lo publicado por Balke, Mourey, et. Al (Mourey y Balke, Chromatography Polym. Capítulo 12, (1992)) (Balke, Thitiratsakul, Lew, Cheung, Mourey, Chromatography Polym. Capítulo 13 (1992)), optimizando los resultados del peso molecular de registro del detector dual de un homopolímero de polietileno lineal de 115.000 g/mol (Mw), a los resultados de calibración de columna estándar estrecha a partir de la curva de calibración de estándares estrechos utilizando software interno. Los datos del peso molecular para la determinación de la compensación se obtuvieron de manera consistente con la publicada por Zimm (Zimm, B.H., J. Chem. Phys., 16, 1099 (1948)) y Kratochvil (Kratochvil, P., Classical Light Scattering from Polymer Solutions, Elsevier, Oxford, NY (1987)). La concentración global inyectada, utilizada para la determinación del peso molecular, se obtuvo del área infrarroja de la muestra, y la calibración del detector infrarrojo del homopolímero de polietileno lineal de 115.000 g/mol de peso molecular. Se supuso que las concentraciones cromatográficas eran lo suficientemente bajas como para eliminar el direccionamiento de los efectos del 2º coeficiente virial (efectos de concentración en el peso molecular).
- 25
- 30 Los cálculos de Mn, Mw y Mz basados en los resultados convencionales de GPC usando el detector IR4 se determinaron a partir de las siguientes ecuaciones:

$$\overline{Mn} = \frac{\sum_i IR_i}{\sum_i \left(\frac{IR_i}{M_{\text{calibración}_i}} \right)} \quad (4A),$$

$$\overline{Mw} = \frac{\sum_i (IR_i * M_{\text{cal}_i})}{\sum_i IR_i} \quad (5A),$$

$$\overline{Mz} = \frac{\sum_i (IR_i * M_{\text{cal}_i}^2)}{\sum_i (IR_i * M_{\text{cal}_i})} \quad (6A),$$

- 35 en que las ecuaciones 4A, 5A y 6A se calculan a partir de polímeros preparados en soluciones de decalina.

Además de los cálculos anteriores, un conjunto de alternativas Mw, Mz y Mz+1 [Mw (abs), Mz (abs), Mz (BB) y Mz+1 (BB)] los valores también se calcularon con el método propuesto por Yau y Gillespie, Polymer, 42, 8947-8958 (2001), y se determinaron a partir de las siguientes ecuaciones:

$$\overline{Mw}(abs) = K_{LS} * \frac{\sum_i (LS_i)}{\sum_i (IR_i)} \quad (8A),$$

en que, K_{LS} = constante de calibración LS-MW.

$$\overline{Mz}(abs) = \frac{\sum_i IR_i * (LS_i / IR_i)^2}{\sum_i IR_i * (LS_i / IR_i)} \quad (9A),$$

$$\overline{Mz}(BB) = \frac{\sum_i (LS_i * M_{calibración})}{\sum_i (LS_i)} \quad (10A),$$

$$\overline{M_{z+1}}(BB) = \frac{\sum_i (LS_i * M_{calibración}^2)}{\sum_i (LS_i * M_{calibración})} \quad (11A),$$

- 5 en que LS_i es la señal LS de 15 grados, y la $M_{calibración}$ usa la ecuación 1A, y la alineación del detector LS es como se describió anteriormente.

Con el fin de controlar las desviaciones a lo largo del tiempo, que pueden contener un componente de elución (causado por cambios cromatográficos) y un componente de caudal (causado por cambios de bomba), generalmente se usa un pico estrecho de elución tardía como un "pico marcador del caudal". Por lo tanto, se estableció un marcador de caudal basado en el marcador de flujo de decano disuelto en la muestra de elución preparada en TCB. Este marcador del caudal se usó para corregir linealmente el caudal para todas las muestras mediante la alineación de los picos de decano. Se supone que cualquier cambio en el tiempo del pico del marcador está relacionado con un desplazamiento lineal tanto en el caudal como en la pendiente cromatográfica. Las características de flujo de la referencia lineal 38-4 preparada en TCB con decalina como el marcador del caudal se usaron como las mismas características de flujo para muestras de solución preparadas en decalina procesadas en la misma activación.

El conjunto de columnas preferido tiene un tamaño de partícula de 20 micras y una porosidad "mixta" para separar adecuadamente las fracciones de mayor peso molecular apropiadas para las reivindicaciones.

El recuento de placas para el sistema cromatográfico (basado en eicosano como se discutió anteriormente) debe ser mayor que 22.000, y la simetría debe estar entre 1,00 y 1,12.

La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes Ejemplos, que, sin embargo, no se interpretarán como una limitación de la invención.

Ejemplos

Polímero a base de etileno (E90): densidad 0,949 g/cc, I2 de 0,08 g/10 min, I21 de 7,0 g/10 min. E90 es un copolímero bimodal de etileno/1-hexeno con un MWD (M_w/M_n) de 16-17, según se determina por GPC convencional.

Composición Comparativa A: E90 más 1160 ppm de IRGAFOS 168 (I-168) y 1160 ppm de IRGANOX 1010 (I-1010).

Composición de la Invención 1: E90 más 1160 ppm de IRGAFOS 168 (I-168), 2200 ppm de IRGANOX 1330 (I-1330), 1760 ppm de IRGANOX 1010 (I-1010), 1000 ppm de IRGANOX 1076 (I-1076) y 1000 ppm de IRGANOX 1024 MD (MD-1024).

Las composiciones anteriores se prepararon cada una mezclando en estado fundido los aditivos (en cada "cantidad en ppm" especificada anteriormente; cada "cantidad en ppm" basada en el peso total de la composición) y E90, y granulando la composición final. Cada una de las composiciones se extruyó en una tubería (tubería CTS de 1,27 cm (media pulgada)).

35 Extrusión de Tubería

La tubería se extruyó en una línea de extrusión AMERICAN MAPLAN (barril de 60 mm, 30/1 L/D), equipada con una matriz de tubería para la fabricación de tubería nominalmente "CTS (tamaño de tubo de cobre) de 1,27 cm (1/2 pulgada), SDR 9." La resina (E90 más aditivos) se extruyó para producir una tubería natural.

El perfil de temperaturas del extrusor de tubería y las condiciones del proceso se muestran más adelante. Se empleó

ES 2 802 626 T3

un método de calibración al vacío para calibrar dimensionalmente la tubería. Se empleó un tanque de agua de enfriamiento adicional para solidificar completamente la tubería. La temperatura del agua de enfriamiento fue de aproximadamente 55-60°F (12,8-15,5°C). Se hizo funcionar un extractor de velocidad variable en condiciones de velocidad constante para el tamaño de tubería producido.

5 Las condiciones de extrusión de la tubería fueron las siguientes.

Temperatura del barril:	204°C (400°F)
Temperatura del Barril:	210°C (410°F)
Temperatura de fusión:	204°C (400°F)
Temperatura del Troquel	210°C (410°F)
Temperatura de Fusión:	204°C (400°F)
Carga de Amplificador:	65%
Presión en la cabeza:	17,1 MPa (2480 psi)
Tasa de producción:	133 kg/h (294 libras/h)
Tamaño de la Tubería*:	1,27 cm (½ "pulgada) CTS
Relación de dimensión de la tubería:	SDR 9
* OD promedio de 15,9 mm (0,625 pulgadas) y grosor promedio de pared 1,9 mm (0,075 pulgadas).	

10 La composición comparativa y la composición de la invención se testaron para el ataque oxidativo por parte de agua clorada de acuerdo con ASTM F2023-00. Los datos de este ensayo se usaron para clasificar el rendimiento de las composiciones con respecto al ataque oxidativo en agua caliente clorada, de acuerdo con ASTM F2769-09. La Tabla 1 resume los resultados.

Tabla 1: Composiciones

Material	Nivel de Rendimiento de Cloro ASTM F2769
Composición Comparativa A	< Nivel 1
Composición de la Invención 1	Nivel 5

ASTM F2769 define los niveles de resistencia al cloro para una vida de diseño de "50 años" de la siguiente manera:

Nivel 1: La temperatura del agua es de 60°C (140°F) el 25% del tiempo; y 22,8°C (73°F) el 75% del tiempo,

15 Nivel 3: La temperatura del agua es de 60°C (140°F) el 50% del tiempo; y 22,8°C (73°F) el 50% del tiempo, y

Nivel 5: La temperatura del agua es de 60°C (140°F) el 100% del tiempo; y 22,8°C (73°F) el 0% del tiempo.

20 Una calificación de "Nivel 5" es aproximadamente cuatro veces más resistente al cloro que una calificación de "Nivel 1". Por lo tanto, la tubería formada a partir de la Composición de la Invención 1 es significativamente más resistente a las reacciones de oxidación del agua clorada, en comparación con la tubería hecha de la Composición Comparativa A.

Estudios Adicionales

Composiciones adicionales para la tubería se muestran a continuación en la Tabla 2. El polímero usado en cada una de las composiciones fue E90, como se discutió anteriormente. Cada cantidad de ppm se basó en el peso total de la composición.

25

ES 2 802 626 T3

Tabla 2; Composiciones Adicionales

Ej.	Comp 1 (Fórm. 1) I-1076 (ppm)	Comp 2 (Fórm. 2) I-1330 (ppm)	Comp 3 (Fórm. 3) I-1010 (ppm)	Comp 4 (Fórm. 4) I-168 (ppm)	Cómp 5 (Fórm.5) MD-1024 (ppm)
Inv.2	1000	4000	1174	1174	1000
Inv.3	1000	10000	1174	1174	1000
Comp. B	1000	500	1174	1174	1000

5 Las composiciones en la Tabla 2 se transformaron en tuberías de 1,27 cm (½ ") CTS SDR 9 Natural PE-RT", como se discutió anteriormente. Se examinaron el OIT (Tiempo de Inducción Oxidativa) y la vida de diseño extrapolada (60°C, 552 kPa (80 psig)) de las muestras de tubería, según se determina por el ensayo de resistencia al cloro.

El acabado de cada una de las tuberías (2 tuberías por composición) se inspeccionó de acuerdo con ASTM F2769-10, Sección 6.1. Las dimensiones y tolerancias de cada una de las tuberías se inspeccionaron de acuerdo con ASTM F2769-10, Sección 6.2 y ASTM D2122-98 (reafirmado en 2010). Las muestras de tubería cumplieron con los requisitos de Acabado y Dimensiones y Tolerancias de ASTM F2769-10. Los resultados se muestran en la Tabla 3.

10 Tabla 3: Resumen de Acabado, Dimensiones y Tolerancias

Ensayo	Requisito	Muestra	Resultado
Acabado	La tubería debe ser homogénea y sin grietas, agujeros, inclusiones extrañas u otros defectos visibles; uniforme en color y opacidad	Comp. B	Requisitos cumplidos
		Inv. 2	Requisitos cumplidos
		Inv. 3	Requisitos cumplidos
Dimensiones y Tolerancias	OD promedio: 1,58 cm (0,621 ") – 1,60 cm (0,629") Espesor de pared: 1,78 cm (0,070 ") - 2,03 mm (0,080")	Comp. B	Requisitos cumplidos
			OD: 1,59 cm (0,627 ")
			WT: 1,91 mm (0,075 ")
		Inv. 2	Requisitos cumplidos
			OD: 1,58 cm (0,624 ")
			WT: 1,93 mm (0,076 ")
Inv. 3	Requisitos cumplidos		
	OD: 1,60 cm (0,628 ")		
	WT: 1,88 mm (0,074 ")		

15 El tiempo de Inducción Oxidativa (OIT) de las tuberías se midió de acuerdo con ASTM D3895-07 a 200°C. Se cortaron discos de muestra de las muestras de tubería. Los discos de muestra, que medían aproximadamente "6,3 mm de diámetro" y "0,25 mm de espesor nominal", se seccionaron a partir de rodajas cortadas de la superficie interna y la pared media de cada una de las tuberías. Los ensayos se realizaron por duplicado. Los resultados del OIT se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4: Resultados del OIT

Muestra	Ubicación	OIT (min)		
		Reproducir	Promedio (una tubería testada; n = 2*)	Desviación Estándar
Comp. B	Pared interna	150	147	3
		145		
	Pared media	144	145	2
		147		

ES 2 802 626 T3

Muestra	Ubicación	OIT (min)		
		Reproducir	Promedio (una tubería testada; n = 2*)	Desviación Estándar
Inv. 2	Pared interna	168	166	3
		164		
	Pared media	166	166	0.1
		166		
Inv. 3	Pared interna	190	190	1
		189		
	Pared media	199	197	2
		196		

* Se realizaron dos mediciones utilizando la misma muestra de tubería.

5 El Ensayo de Resistencia al Cloro se realizó de acuerdo con ASTM F2023-10 *Método de Ensayo Estándar para Evaluar la Resistencia Oxidativa de Tubos y Sistemas de Polietileno Reticulado (PEX) al agua clorada caliente*. El ensayo se realizó en una sola condición de ensayo de 110°C/482,6 kPa (70 psig). El ensayo de resistencia al cloro se realizó en una instalación de ensayo de tubería acelerada. Las muestras se expusieron a un flujo continuo, agua clorada de ósmosis inversa, y se analizaron en las condiciones que se detallan a continuación en la Tabla 5A. Se utilizó gas cloro como fuente de cloro. Las muestras se testaron como "longitudes de 38,1 cm (15") con accesorios de engarce de inserción de latón ASTM F1807 estándar en ambos extremos de la tubería. La relación longitud a diámetro era nominalmente 24. La Tabla 5B enumera los detalles de la muestra. La posición de la muestra era horizontal. Los resultados de resistencia al cloro se muestran en la Tabla 6.

Tabla 5A: Variables de Ensayo Primarias y Límites de Control

Parámetro	Nominal	Límites de Control
pH	6,8	± 0,2
Cloro (mg/L)	4,4	± 0,2
ORP (mV)	> 825	Medido
Temperatura del fluido (°C)*	110	± 1
Temperatura del aire (°C)*	110	± 1
Presión de fluido (kPa) ((psig))	482,6 (70)	± 3
Caudal (USGPM)	0,1	± 10%

* Las temperaturas del Fluido y del Aire se controlaron en el mismo punto de ajuste. No se observó una caída de temperatura medible en las muestras de ensayo.

Tabla 5B: Detalles de la Muestra

ID de parámetro / muestra	Inv. 3	Inv. 3	Comp. B	Comp. B	Inv. 2	Inv. 2
Temperatura (°C)	110	110	110	110	110	110
Presión de fluido (kPa) ((psig))	482,6 (70)	482,6 (70)	482,6 (70)	482,6 (70)	482,6 (70)	482,6 (70)
Cloro (mg/L)	4,4	4,4	4,4	4,4	4,4	4,4
pH	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8
Tiempo de ensayo (h)	1.692	1.409	1.438	1.288	1.371	1.120
OD original (mm)	15,96	16,03	15,93	15,91	15,87	15,88
Grosor medio original de la pared (mm)	1,92	1,96	1,92	1,95	1,97	1,96

ID de parámetro / muestra	Inv. 3	Inv. 3	Comp. B	Comp. B	Inv. 2	Inv. 2
Grosor mínimo original de la pared (mm)	1,90	1,88	1,88	1,91	1,94	1,91
Tipo al Fallo	Hendidura frágil					
Longitud de Grieta (mm)	1,0	1,0	1,5	0,5	0,5	0,5
Distancia Desde la Entrada (mm)	26	148	228	43	30	26
Posición del reloj	5	9	2	12	7	6
Punto de iniciación	Pared Interna					
Tipo de ajuste	Latón	Latón	Latón	Latón	Latón	Latón

Tabla 6: Resultados de resistencia al cloro (110°C)

Muestra	Esfuerzo (MPa) ((psi))	Tiempo al Fallo ** (h)		
		Reproducir	Promedio (n = 2*)	Desviación Estándar
Comp. B	1,77 (257)	1.288	1.363	106
	1,81 (262)	1.438		
Inv. 2	1,76 (255)	1.120	1.246	177
	1,74 (252)	1.371		
Inv. 3	1,81 (263)	1.409	1.550	200
	1,79 (259)	1.692		

* Dos muestras de tubería testadas.

** Fallo debido a una pérdida de fluido en una perforación de hendidura frágil. Se observó visualmente una degradación de menor a mayor y microgrietas en la superficie interna de las muestras de tubería que fallaron.

Las tuberías formadas a partir de las composiciones en la Tabla 2 también se examinaron para determinar cómo las diferencias en los tiempos al fallo, generados a partir del ensayo de resistencia al cloro, impactan sobre las vidas extrapoladas de las tuberías a 60°C y 551,6 kPa (80 psig). Para determinar el impacto de los tiempos al fallo en las vidas extrapoladas, se generó un conjunto de datos ASTM F2023 completo (Conjunto de Datos A) en una composición similar (igual que el Ejemplo de la Invención 2, excepto que se usaron 2200 ppm de I-1330 en esta composición). Los "datos de fallo de 110°C" del Conjunto de Datos A se reemplazaron por los datos de fallo de cada una de las muestras anteriores (véase la Tabla 6; Inv. 2, Inv. 3 y Comp. B; dos tiempos de fallo por muestra), y se realizó un análisis de regresión para cada una de las muestras (Inv. 2, Inv. 3 y Comp. B). El análisis de regresión se realizó de acuerdo con ASTM F2023-10 *Método de Ensayo Estándar para Evaluar la Resistencia Oxidativa de Tubos y Sistemas de Polietileno Reticulado (PEX) al Agua Clorada Caliente*. Las regresiones se realizaron con ocho puntos de datos (n = 8). Véase la Figura 1. Las extrapolaciones (tiempo al fallo) a "60°C, 551,6 kPa (80 psig)" para las tuberías SDR 9 fueron las siguientes: Comp. B = 42 años, inv. 2 = 48 años, e Inv. 3 = 36 años.

Resumen de Resultados

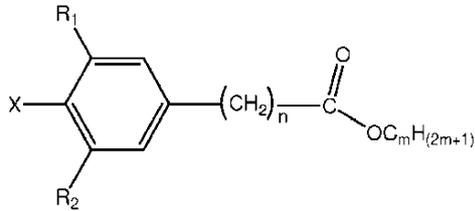
El rendimiento de una tubería no puede correlacionarse directamente con los resultados de ensayos a corto plazo y de un solo punto. Por lo tanto, para medir el rendimiento a largo plazo de la tubería, se necesita un análisis de regresión basado en un ensayo acelerado, similar a la regresión anterior. La tubería formada a partir del Ejemplo de la Invención 2, cuando se analizó con un método de regresión como se describió anteriormente, alcanzó una esperanza de vida de diseño (a 60°C y 551,6 kPa (80 psig)) de 48 años y, por lo tanto, superó las tuberías formadas a partir de Comparativo B e Invención 3. La tubería formada a partir de la Invención 3 mostró una mejor resistencia a la OIT y al cloro en los ensayos a corto plazo descritos anteriormente. Sin embargo, el rendimiento a largo plazo de la tubería, según lo establecido por la metodología de regresión, es el patrón de la industria para calificar la tubería en términos de su rendimiento en el uso real. Además, las propiedades de sabor y olor de la tubería formada a partir del Ejemplo de la Invención 2 deberían ser mejores que las propiedades de la tubería formada a partir del Ejemplo de la Invención 3, ya que el Ejemplo de la Invención 3 contenía niveles significativamente más altos de antioxidantes, que se sabe que contribuyen al sabor y al olor.

REIVINDICACIONES

1. Una composición que comprende lo siguiente:

A) un polímero a base de etileno no reticulado;

B) un compuesto seleccionado de Fórmula 1:



5

en donde R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20,

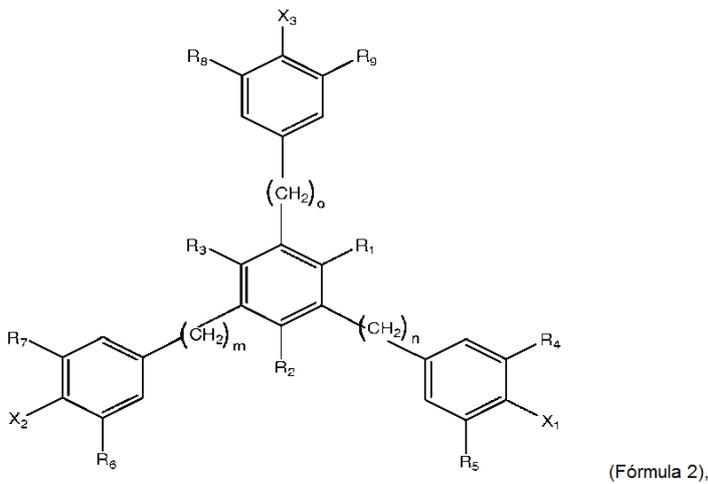
X es OH,

n es de 1 a 10, y

m es de 10 a 30,

10 y en donde este compuesto está presente en una cantidad mayor que o igual a 500 ppm, basado en el peso total de la composición;

C) un compuesto seleccionado de la Fórmula 2:



en donde R1, R2 y R3 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20;

15 R4, R5, R6, R7, R8 y R9 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20,

X1, X2 y X3 son cada uno OH,

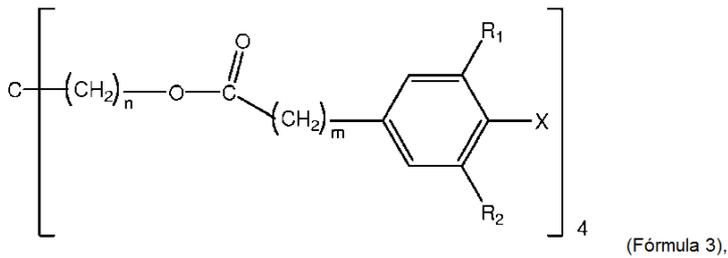
n es de 1 a 6,

m es de 1 a 6, y

o es de 1 a 6;

20 y en donde la relación en peso del Componente C al Componente B (C/B) es mayor que 1;

en donde la composición comprende, además, el Componente D seleccionado de Fórmula 3:



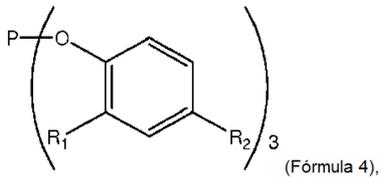
en donde R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20,

X es OH,

n es de 1 a 10, y

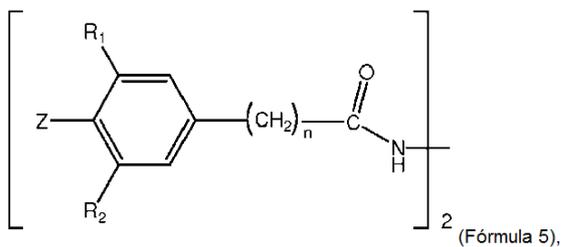
5 m es de 1 a 10;

en donde la relación en peso del Componente D al Componente B (D/B) es de 0,5 a 2,5; que comprende, además, el componente E seleccionado de la Fórmula 4:



10 en donde R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20, en donde la relación en peso del Componente E al Componente B (E/B) es de 0,5 a 2;

en donde la composición comprende, además, Componente F seleccionado de la Fórmula 5:



en donde R1 y R2 se seleccionan, cada uno independientemente, de un grupo alquilo C1-C20;

Z es OH y

15 n es de 1 a 10.

2. La composición de la reivindicación 1, en donde la relación en peso de C/B es mayor que 1 a 6.

3. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el Componente B está presente en una cantidad de 750 a 2500 ppm, basado en el peso de la composición.

20 4. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el Componente C está presente en una cantidad de 1000 a 3000 ppm, basado en el peso de la composición.

5. La composición de la reivindicación 1, en donde el Componente D está presente en una cantidad de 500 a 2500 ppm, basado en el peso de la composición.

6. La composición de la reivindicación 1, en donde el Componente E está presente en una cantidad de 500 a 1500 ppm, basado en el peso de la composición.

25 7. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el polímero a base de etileno tiene una densidad de 0,930 a 0,960 g/cc, medida según el método de desplazamiento de Arquímedes, ASTM D-792-00, Método B, en isopropanol.

ES 2 802 626 T3

8. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el polímero a base de etileno tiene un índice de fusión (I_2) de 0,01 a 5 g/10 min, según se determina de acuerdo con ASTM D-1238-04, Condición 190°C/2,16 kg.
- 5 9. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el polímero a base de etileno tiene una distribución del peso molecular de 10 a 30, según se determina por GPC convencional.
10. Un artículo que comprende al menos un componente formado a partir de la composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
11. El artículo de la reivindicación 10, en donde el artículo es una tubería.

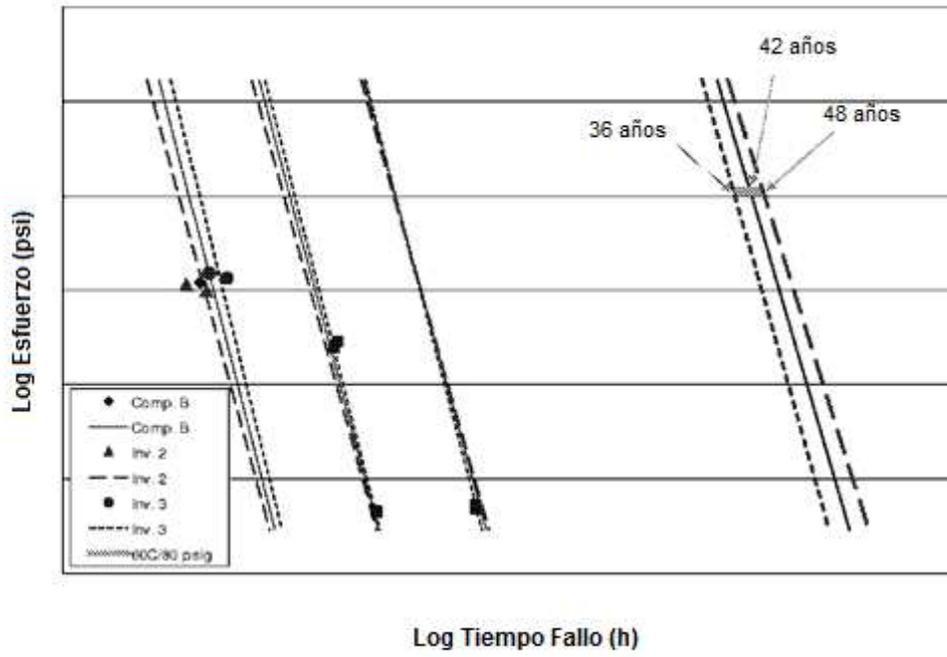


FIGURA 1