



INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

DIRECÇÃO DE SERVIÇOS DE PATENTES

CAMPO DAS CEBOLAS, 1100 LISBOA
TEL.: 888 51 51 / 2 / 3 TELEX: 18356 INPI
TELEFAX: 87 53 08

FOLHA DO RESUMO

Modalidade e n.º (11) 99.397 A	T D	Data do pedido: (22)	Classificação Internacional (6)
Requerente (71): HIMONT Incorporated, uma sociedade organizada e existindo segundo as leis do Estado de Delaware, Estados Unidos da América, norte-americana, industrial, com sede em 2801 Centerville Road, P.O. Box 15439, Wilmington, Delaware 19850-5439, Estados Unidos da América			
Inventores (72): KUMAR OGALE			
Reivindicação de prioridade(s) (30)			Figura (para interpretação do resumo)
Data do pedido	País de Origem	N.º de pedido	
01.11.1990	US	07/609,305	
Epígrafe: (54) "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE PELÍCULAS E LAMINADOS DE POLÍMERO DE PROPILENO"			
Resumo: (máx. 150 palavras) (57) Descreve-se um processo para a preparação de películas ou chapas, que consiste em se obter primeiramente uma composição de polímero de propileno cristalino que é constituída por : (A) entre cerca de 30 % e 65 % em peso de um copolímero de propileno com uma alfa-olefina C ₄ -C ₈ que contém entre 80 % e 98 % em peso de propileno e (B) entre 35 % e 70 % em peso de um copolímero ou terpolímero de propileno com etileno e opcionalmente uma alfa-			

NÃO PREENCHER AS ZONAS SOMBRADAS



INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

DIRECÇÃO DE SERVIÇOS DE PATENTES

CAMPO DAS CEBOLAS, 1100 LISBOA
TEL.: 888 51 51 / 2 / 3 TELEX: 18356 INPI
TELEFAX: 87 53 08

FOLHA DO RESUMO (Continuação)

Modalidade e n.º (11)	T D	Data do pedido (22)	Classificação Internacional (61)
-----------------------	-----	---------------------	----------------------------------

Resumo (continuação) (57)

2

-olefina C_4-C_8 , tendo um teor de etileno compreendido entre 5 % e 10 % em peso quando o etileno é o único comonómero e um teor de etileno compreendido entre 0,5 % e 5 % em peso e um teor de alfa-olefina C_4-C_8 compreendido entre 1 % e 9,5 % em peso quando se utilizam como comonómeros tanto etileno como também uma alfa-olefina C_4-C_8 , transformando-se depois a composição resultante num material de película ou de chapa.

Também se descrevem películas ou chapas obtidas por coextrusão e laminados em que pelo menos uma camada é uma película ou chapa como se descreveu antes e películas ou chapas de misturas da composição polimérica de propileno e um polímero de olefina como se descrevem também.

● Agente Oficial da Propriedade Industrial

NÃO PREENCHER AS ZONAS SOMBREADAS

**"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE PELÍCULAS E LAMINADOS
DE POLÍMERO DE PROPILENO"**

A presente invenção refere-se a películas termoplásticas soldáveis ou a folhas de uma composição de polímero de propileno, a laminados e a materiais obtidos por co-extrusão formados a partir deles e a películas e folhas formadas a partir de misturas da composição de polímero de propileno com materiais poliméricos termoplásticos.

Em muitas aplicações de películas, tais como, por exemplo, embalagem de produtos alimentares, de materiais químicos e perigosos e em aplicações médicas, a indústria necesita de películas que tenham certas propriedades. Na embalagem de produtos alimentares, por exemplo, as películas devem ter uma elevada resistência à perfuração, uma elevada transparência e brilho, uma reduzida permeabilidade e gases e/ou vapores e uma boa resistência de soldadura. As películas utilizadas para fabricar recipientes para produtos químicos e materiais resi-duais perigosos devem possuir uma elevada resistência à perfu-ração, uma elevada resistência de alongamento, uma elevada resistência ao rasgamento, resistência química e boa resis-tência mecânica da soldadura. As películas utilizadas em aplicações médicas, tais como sacos para sangue, devem ter uma

4.

elevada resistência à perfuração, pequeno módulo, elevada resistência ao rasgamento, auto-rachabilidade e boa resistência da soldadura.

As películas feitas a partir de polímeros de etileno, por exemplo, de HDPE e LLDPE e polímeros de propileno, tais como homopolímeros cristalinos de propileno e copolímeros aleatórios de propileno e etileno, não possuem essa combinação de propriedades desejáveis.

Os copolímeros aleatórios cristalinos de propileno e etileno são frequentemente utilizados para preparar essas películas por causa da transparência inerentes desses copolímeros. No entanto, as películas preparadas a partir de copolímeros cristalinos de propileno e menos de 3 % de etileno ou as suas misturas com outros polímeros olefínicos não proporcionam boas vedações ou não têm boa resistência das soldaduras visto que o ponto de fusão destes copolímeros ou das suas misturas é demasiadamente próximo do ponto de fusão da camada de polímero de base com que são laminados ou obtidos por co-extrusão, que é tipicamente um homopolímero cristalino de propileno. Além disso, o laminado resultante ou o material obtido por co-extrusão não têm integridade nem estabilidade dimensional.

Quando se preparam películas a partir de copolímeros aleatórios cristalinos de propileno e etileno com cerca de 5 %

a 6 % de etileno, o ponto de fusão do mencionado copolímero diminui em relação ao ponto de fusão dos homopolímeros cristalinos de propileno de modo que uma dessas películas de copolímero tem certas propriedades de soldabilidade. No entanto, a inserção do comonomero rompe a estrutura cristalina, com a concomitante formação de uma fracção aumentada de polímero solúvel em xileno à temperatura ambiente. Por consequência, as propriedades mecânicas das películas formadas a partir desse copolímero são afectadas de maneira adversa. Além disso, a presença de uma elevada fracção de polímero solúvel em xileno torna o material da película susceptível de sofrer ataque por substâncias orgânicas e, por consequência, não é apropriado para utilização na embalagem de alimentos. As películas preparadas a partir de misturas desses copolímeros cristalinos de propileno com outros polímeros não superam estes inconvenientes.

Por consequência, há a necessidade de se dispor de um material de película ou de folha que tenha uma baixa temperatura de iniciação da vedação, bem como outras propriedades desejáveis, que compreendem um material polimérico de propileno que tem uma pequena fracção de polímero solúvel em xileno à temperatura ambiente e fraca soldabilidade.

Todas as partes e percentagens indicadas no presente pedido de patente de invenção são expressas em peso, a menos que se indique de outro modo. A temperatura ambiente ou de trabalho é aproximadamente igual a 25° C.



A presente invenção proporciona um material de películas ou de folhas que tem as propriedades pretendidas e que compreende uma composição polimérica de propileno cristalino formada por, em peso,

- A) entre cerca de 30 % e 65 % de um copolímero de propileno com uma alfa-olefina em C_4-C_8 que contém entre 80 % e 98 % de propileno e
- B) 35 % a 70 % de um copolímero ou um terpolímero de propileno com etileno e, opcionalmente, com uma alfa- C_4-C_8 -olefina, que tem um teor de etileno compreendido entre 5 % e 10 % quando o etileno é o único comonómero e um teor de etileno compreendido entre 0,5 % e 5 % e um teor de alfa- C_4-C_8 -olefina compreendido entre 1 % e 9,5 % quando se utilizam como comonómeros simultaneamente etileno e uma alfa- C_4-C_8 -olefina, em que o teor total dos dois comonómeros está compreendido entre 2 % e 10 %.

A quantidade total de A) e B) é igual a 100 %.

De acordo com uma outra forma de realização, a presente invenção proporciona películas ou folhas que compreendem uma camada da composição de polímero de propileno aplicada a pelo menos uma superfície de um material de película termoplástico ou a um substrato metálico.

Ainda de acordo com uma outra forma de realização, proporcionam-se películas ou folhas de misturas da composição de polímero de propileno e de um material polimérico termoplástico.

O componente A) encontra-se preferivelmente presente em uma quantidade compreendida entre 35 % e 65 %, mais preferivelmente entre 45 % e 65 %. O teor de propileno do componente A) está preferivelmente compreendido entre 85 % e 95 %.

O componente B) encontra-se preferivelmente presente em uma quantidade compreendida entre 35 % e 65 %, mais preferivelmente entre 35 % e 55 %. Quando o componente B) é um terpolímero, o teor total de comonômeros, isto é, de etileno e de uma alfa-C₄-C₈-olefina está compreendido entre 2 % e 10 %, preferivelmente entre 3 % e 6 %, e o teor de etileno está preferivelmente compreendido entre 1 % e 3 %. Quando o componente B) é um copolímero, o etileno encontra-se preferivelmente presente em uma quantidade compreendida entre 7 % e 9 %.

A alfa-(C₄-C₈)-olefina útil na preparação dos componentes da composição de polímero de propileno inclui buteno-1, penteno-1, hexeno-1, 4-metil-penteno-1 e octeno-1. O buteno-1 é particularmente preferido.

As películas ou as folhas preferidas são as preparadas a partir de composições de polímero de propileno em que não se encontra alfa-(C₄-C₈)-olefina presente no componente B).

A composição de polímero de propileno útil na preparação das películas ou folhas de acordo com a presente invenção tem um ponto de fusão compreendido entre cerca de 125° C e 140° C, uma fracção de polímero solúvel em xileno à temperatura ambiente menor do que 20 %, preferivelmente menor do que 15 %, mais preferivelmente ainda menor do que 10 % em peso, e uma fracção de polímero solúvel em n-hexano a 50° C menor do que 5,5 %.

As películas ou as folhas feitas a partir destas composições têm uma temperatura de iniciação de vedação (como se define na presente memória descritiva mais adiante) compreendida entre 100° C 110° C. A temperatura de iniciação de vedação (S. I. T.) é a temperatura mínima de vedação à qual uma soldadura feita numa película de camadas múltiplas que tem uma camada de película de propileno e uma camada de película de uma composição de polímero de propileno como se descreve na presente memória descritiva, não se rompe quando se aplica uma carga de 300 gramas à película de camadas múltiplas. Os pormenores serão referidos nos Exemplos.

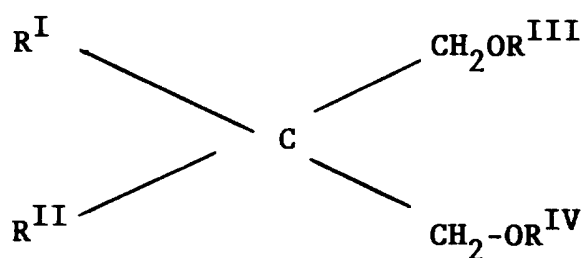
As composições de polímeros de propileno úteis na produção das películas ou das folhas de acordo com a presente invenção preparam-se por polimerização sequencial dos monómeros relevantes na presença de um sistema de catalisador de Ziegler-Natta estereo-específico que tem um componente catalisador sólido suportado num di-halogeneto de magnésio sob a forma activa. É essencial que esse componente de catalisador sólido compreenda um composto de titânio que tem pelo menos uma ligação halogéneo-titânio e um composto doador de electrões suportado no di-halogeneto de magnésio sob forma activa. Estes sistemas de catalisador úteis na preparação da composição de polímero de propileno caracterizam-se pelo facto de originarem polipropileno com um índice isotáctico maior do que 90 %, preferivelmente maior do que 95 %, em condições óptimas. Os sistemas de catalisador que têm estas características são bem conhecidos na literatura de patentes. São particularmente vantajosos os sistemas de catalisador descritos nas patentes de invenção norte-americanas números 4 339 054, 4 472 524 e 4 473 660 e na patente de invenção europeia número 45 977.

Os componentes de catalisadores sólidos utilizados nestes sistemas de catalisador incluem, como compostos doadores de electrões, éteres, cetonas, lactonas; compostos que contêm átomos de azoto, fósforo e/ou enxofre e ésteres de ácidos monocarboxílicos e dicarboxílicos. São particularmente úteis como agentes doadores de electrões os ésteres de ácido ftálico, como

4

ftalato de di-isobutilo, de dioctilo e de difenilo e ftalato de benzil-butilo; os ésteres de ácido malônico como malonato de di-isobutilo e de dietilo; maleatos de alquilo; carbonatos de alquilo e de arilo, tais como carbonato de di-isobutilo; carbonato de etil-fenilo e carbonato de difenilo; e os ésteres de ácido succínico, tais como succinato de monoetilo e succinato de dietilo.

Outros agentes doadores de electrões particularmente apropriados são os compostos de éter que têm a fórmula geral



na qual os símbolos R^I e R^{II} são iguais ou diferentes um do outro e representam radicais C_1 - C_{18} -alquilo de cadeia linear ou ramificada, C_5 - C_{18} -ciclo-alquilo ou C_6 - C_{18} -arilo; e os símbolos R^{III} e R^{IV} são iguais ou diferentes e representam radicais C_1 - C_4 -alquilo de cadeia linear ou ramificada. Os ésteres típicos deste tipo e os processos para a preparação dos mesmos são descritos no pedido de patente de invenção norte-americana com o número de série 413 409, depositado em 27 de Setembro de 1989, cuja descrição se incorpora na presente memória descritiva como referência. Os exemplos destes compostos de éter

4

incluem 2-metil-2-isopropil-1,3-dimetoxi-propano, 2,2-di-isobutil-1,3-dimetoxi-propano e 2-isopropil-2-ciclopentil-1,3-dimetoxi-propano.

O componente de catalisador suportado pode preparar-se moendo um di-halogeneto de magnésio anidro convencional, isto é, um di-halogeneto de magnésio não activado contendo menos de 1 % de água, o composto de titânio e um agente doador de electrões, sob condições que provocam a activação do di-halogeneto de magnésio. O produto moído é em seguida tratado uma ou mais vezes com um excesso de TiCl_4 a uma temperatura compreendida entre 90°C e 135°C e lavado repetidamente com um hidrocarboneto (por exemplo, hexano) até todos os iões cloro terem desaparecido do líquido de lavagem.

Como variante, o halogeneto de magnésio anidro é previamente activado usando processos conhecidos e, em seguida, tratado com um excesso de TiCl_4 contendo um composto doador de electrões em solução, a uma temperatura compreendida entre 80°C e 135°C . Em seguida, repete-se o tratamento com TiCl_4 e depois lava-se o sólido com hexano ou outro dissolvente hidrocarbonado apropriado para eliminar todos os vestígios de TiCl_4 que não reagiu. O composto de di-halogeneto de magnésio ou um seu complexo pode ser formado in situ a partir de um composto de magnésio capaz de formar o mesmo após tratamento com o composto de titânio que contém o halogeneto que é preferivelmente TiCl_4 .

4.

De acordo com um outro processo, o suporte de catalisador sólido pode preparar-se formando um aducto, preferivelmente sob a forma de partículas esféricas, de dicloreto de magnésio e um álcool, como etanol, propanol, butanol, isobutanol e 2-etil-hexanol, em que a proporção molar está compreendida entre 1 : 1 e 1 : 3, que, em seguida, é tratado com um excesso de TiCl_4 que contém um doador de electrões em solução. A temperatura está geralmente compreendida entre 80°C e 120°C . Isola-se o sólido e trata-se de novo com TiCl_4 . Separa-se o sólido e lava-se com um hidrocarboneto até todos os iões cloro terem desaparecido do líquido de lavagem.

Ainda de acordo com um outro processo, tratam-se compostos de alcoxi-magnésio e compostos de cloreto de alcoxi-magnésio (sendo os compostos de cloreto de alcoxi-magnésio preparados de acordo com o processo descrito na patente de invenção norte-americana número 4 220 554, cuja descrição se incorpora na presente memória descritiva como referência) com um excesso de TiCl_4 contendo um composto doador de electrões em solução, sob as condições reaccionais descritas antes.

No componente de catalisador sólido suportado, o composto de Ti, expresso como Ti, está geralmente presente em uma quantidade compreendida entre 0,5 % e 10 % em peso; e a quantidade do composto doador de electrões fixado na contrapartida sólida (doador interno) está geralmente compreendida

4.

entre 5 % e 20 % em moles em relação ao di-halogeneto de magnésio. Os compostos de titânio úteis para a preparação do componente catalisador sólido são os halogenetos e os alcoxi-halogenetos de titânio. O tetracloreto de titânio é o composto preferido. Obtêm-se também resultados satisfatórios com tri-halogenetos de titânio e com alcoxi-halogenetos de titânio, tais como $TiCl_3OR$, em que o símbolo R representa um radical fenilo.

Além das reacções mencionadas antes que têm como resultado a formação de di-halogenetos de magnésio sob a forma activa, há outras reacções conhecidas na literatura que têm como resultado a formação de di-halogenetos sob a forma activa a partir de compostos de magnésio diferentes de halogenetos, tais como compostos de alcoxi-magnésio e carbonato de magnésio.

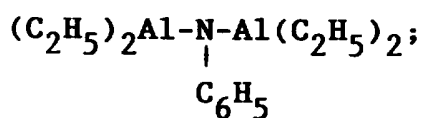
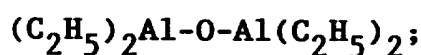
A forma activa do di-halogeneto de magnésio no componente de catalisador sólido é evidenciada pelo espectro de raios X do componente de catalisador sólido pela ausência da linha de difracção de elevada intensidade que aparece no espectro de raios X do di-halogeneto de magnésio não activado (que tem uma área superficial menor do que $3 \text{ m}^2/\text{g}$) e, em vez dela, há um halo com a intensidade máxima deslocada em relação à posição da linha de difracção de elevada intensidade do di-halogeneto de magnésio não activado, ou pelo facto de a mencionada linha de difracção de elevada intensidade apresentar um

4.

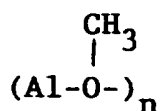
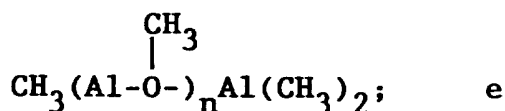
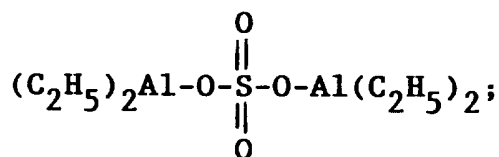
alargamento que tem uma largura do semi-pico pelo menos 30 % maior do que a de uma linha de difracção de elevada intensidade do di-halogeneto de magnésio não activado. As formas mais activas são aquelas em que o halo referido antes aparece no espectro de raios X do componente catalisador sólido.

O dicloreto de magnésio é o composto preferido. No caso das formas mais activas do dicloreto de magnésio, o espectro de raios X do componente de catalisador sólido apresenta um halo, em vez da linha de difracção que aparece no espectro de raios X do dicloreto de magnésio não activado, a uma distância de 2,56 angstroms.

Os compostos de Al-alquilo úteis como cocatalisadores incluem Al-trialquilos, tais como Al-trietilo, Al-tri-isopropilo e Al-tri-isobutilo; hidretos de Al-dialquilo (C_1 - C_6 -alquilo), tal como hidreto de Al-dietilo; e compostos que contêm dois ou mais átomos de Al ligados um ao outro por intermédio de um átomo de oxigénio, azoto e/ou enxofre, tais como :



4.



nas quais o símbolo n representa um número compreendido entre 1 e 20. Preferivelmente, o composto de Al-alquilo é Al-trietilo (TEAL).

Além disso, pode usar-se o composto de fórmula geral AlR_2OR' , na qual o símbolo R' representa um radical arilo substituído em uma ou duas posições por um radical C_1-C_6 -alquilo e o símbolo R representa um radical C_1-C_6 -alquilo.

O composto de Al-alquilo é geralmente utilizado numa quantidade tal que as proporções de Al/Ti estejam compreendidas entre 1 e 1000.

Os compostos doadores de electrões que podem ser utilizados como agentes doadores de electrões com o cocatali-

sador de composto de Al-alquilo incluem ésteres de ácidos aromáticos, tais como benzoatos de alquilo e compostos de organo-silano. Os compostos de organo-silano típicos são aqueles que têm ligações Si-OR, Si-OCOR ou Si-NR₂, em que o símbolo R representa um radical C₁-C₂₀-alquilo, C₂-C₂₀-alce- nilo, C₆-C₂₀-arilo, C₇-C₂₀-arilalquilo ou C₅-C₂₀-ciclo-alquilo e Si (IV) como átomo central. Estes compostos são descritos nas patentes de invenção norte-americanas números 4 472 524, 4 522 930, 4 560 671, 4 581 342, 4 657 882 e nos pedidos de patente de invenção europeia números 45976 e 45977. Os compostos de organo-silano apropriados incluem (tércio butil)₂Si(OCH₃)₂, (ciclo-hexil)₂Si(OCH₃)₂ e (fenil)₂Si(OCH₃)₂.

Os 1,3-diéteres que têm a fórmula indicada antes na presente memória descritiva podem também ser usados vantajosa- mente. Se o doador interno for um destes diéteres, o agente doador exterior pode estar ausente.

A polimerização dos monómeros relevantes é realizada em pelo menos duas fases operacionais, tal maneira que os componentes A) e B) são preparados em fases operacionais sepa- radas, operando em cada fase operacional subsequente na presença do polímero e do catalisador utilizado na fase opera- cional anterior, isto é, não se adiciona mais catalisador na segunda fase operacional.

4.

Por exemplo, o componente B) pode preparar-se numa fase operacional e o componente A) na fase operacional subsequente. A ordem pela qual os componentes A) e B) são preparados não é crítica.

As relações de polimerização podem realizar-se por cargas descontínuas ou continuamente, segundo técnicas conhecidas e são realizadas em uma atmosfera inerte na presença de monômero líquido ou gasoso ou das suas combinações e, opcionalmente, na presença de um dissolvente hidrocarbonado inerte, a temperaturas geralmente compreendidas entre cerca de 20° C e cerca de 100° C, preferivelmente entre 50° C e 80° C, a uma pressão geralmente compreendida entre aproximadamente a pressão atmosférica e cerca de 70 kg/cm² (1000 psi - 7,0 MPa), preferivelmente entre cerca de 14 e 35 kg/cm² (200 e 500 psi - 1,4 e 3,5 MPa), na polimerização em fase líquida e tipicamente entre a pressão atmosférica e cerca de 42 kg/cm² (600 psi - 4,2 MPa), na polimerização em fase gasosa. Prefere-se a polimerização em fase gasosa. Os tempos de residência típicos estão compreendidos entre cerca de quinze minutos e cerca de seis horas.

Quando isso for necessário, pode adicionar-se hidrogénio como agente de transferência de cadeia, para redução da massa molecular do polímero.

4.

Os catalisadores podem ser previamente contactados com pequenas quantidades de monómeros de olefinas relevantes (pré-polimerização), mantendo o catalisador em suspensão num dissolvente hidrocarbonado e polimerizando a uma temperatura igual a 60° C ou inferior durante um intervalo de tempo suficiente para produzir uma quantidade de polímero compreendida entre 0,5 e 3 vezes o peso do catalisador. A pré-polimerização pode também fazer-se em monómero líquido ou gasoso para originar, neste caso, uma quantidade de polímero igual a até mil vezes o peso do catalisador.

Como os componentes A) e B) são preparados directamente na polimerização, as composições de polímero de propileno resultantes encontram-se sob a forma de partículas tal como são polimerizadas. Nas mencionadas partículas, os componentes A) e B) são optimamente misturados de modo que as composições de polímero de propileno resultantes são directamente utilizáveis para a produção de películas sem necessidade de tratamentos depois da polimerização, como, por exemplo, granulação.

As composições de polímeros de propileno preferidas encontram-se sob a forma de partículas esféricas ou esferoidais com diâmetros compreendidos entre 0,5 e 4,5 milímetros e, mais preferivelmente, com uma distribuição granulométrica apertada em que pelo menos 90 % das partículas têm diâmetros compreendidos entre 0,5 e 3,5 milímetros. Estas partículas podem

4

obter-se, por exemplo, utilizando sistemas de catalisador referidos na patente de invenção norte-americana número 4 472 524, cuja descrição se incorpora na presente memória descritiva como referência.

PREPARAÇÃO DO COMPONENTE CATALISADOR SÓLIDO

A) PREPARAÇÃO DE ADUCTO DE MgCl_2 /ÁLCOOL

Sob uma atmosfera de gás inerte e à temperatura ambiente, carregam-se 48 gramas de cloreto de magnésio anidro, 77 gramas de álcool etílico anidro e 830 ml de querosene para dentro de um reservatório de aquecimento de dois litros dotado de um agitador accionado por turbina e um tubo de saída. Os ingredientes são seguidamente aquecidos a 120°C com agitação, formando-se nestas condições um aducto de MgCl_2 e do álcool, aducto esse que se encontra no estado fundido e permanece misturado com o agente dispersante. No reservatório mantém-se uma pressão de azoto gasoso igual a 15 kg/cm^2 . O tubo de saída do recipiente é aquecido externamente por uma manga de aquecimento a 120°C . O tubo de saída tem um diâmetro interior igual a 1 mm e um comprimento igual a 3 metros, através da manga de aquecimento. Deixa-se passar a mistura através do tubo com uma velocidade igual a cerca de 7 metros por segundo. Na saída do tubo, a dispersão é descarregada para dentro de um vaso de 5

4.

litros, dotado com um agitador e que contém 2,5 litros de querosene e o recipiente é arrefecido externamente numa câmara que se mantém à temperatura inicial de -40° C. A temperatura final da emulsão descarregada para o recipiente é igual a 0° C. O produto sólido esferoidal forma a fase dispersa da emulsão e é separado por decantação e filtração, lavagem com heptano e secagem. Todas as operações descritas se realizam sob uma atmosfera de gás inerte.

Obtém-se $\text{MgCl}_2 \cdot 3\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (130 gramas) sob a forma de partículas esferoidais sólidas que têm um diâmetro máximo inferior a 50 micrómetros. O produto sólido, depois de seco sob vácuo durante duas horas, pesou 105 gramas. Aquece-se então o produto sólido sob passagem de uma corrente de azoto até uma temperatura igual a cerca de 60° C para desalcoolizar parcialmente o aducto de partículas esféricas durante um intervalo de tempo suficiente para reduzir o teor de álcool no aducto em cerca de 1/3. O aducto resultante tem a fórmula $\text{MgCl}_2 \cdot 2,1\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

B) PREPARAÇÃO DO COMPONENTE DE CATALISADOR SÓLIDO

Num balão de vidro de um litro de capacidade, equipado com um condensador, agitador mecânico e termómetro, introduzem-se 625 ml de TiCl_4 sob uma atmosfera de azoto anidro.

Enquanto se agita a 0°C , introduzem-se no balão 25 gramas de aducto de fórmula $\text{MgCl}_2 \cdot 2,1\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$. Aquecem-se os ingredientes a 100°C durante uma hora. Quando a temperatura atinge 40°C , introduzem-se 9 milimoles de ftalato de di-isobutilo. Mantém-se a mistura reaccional a 100°C durante duas horas e deixa-se assentar. Depois, retira-se por sifonação o líquido sobrenadante. Adicionam-se 550 ml de TiCl_4 aos sólidos e aquece-se a 120°C durante uma hora. Deixa-se que a mistura reaccional assente e separa-se o sobrenadante por sifonação. Lava-se o resíduo sólido seis vezes com 200 centímetros cúbicos de hexano anidro a 60°C e três vezes à temperatura ambiente.

EXEMPLOS

EXEMPLOS 1 e 2

Estes Exemplos ilustram a composição de polímero de propileno e um processo para preparar a mesma.

CONDIÇÕES GERAIS DE FUNCIONAMENTO

As preparações para a polimerização e os ensaios de polimerização realizaram-se sob atmosfera de azoto, numa série de reactores dispondo de meios para transferir o produto produ



zido no recipiente de reacção imediatamente anterior para o reactor seguinte. Todas as temperaturas, pressões e concentrações dos monómeros de olefina e de hidrogénio, quando presente, foram constantes a menos que se indique de outro modo. A concentração do hidrogénio e dos monómeros relativos na fase gasosa é analisada continuamente com um cromatógrafo de gás do processo e alimentada com o fim de manter constante a concentração pretendida dos mesmos.

Nestes exemplos, faz-se contactar uma mistura de activador de TEAL e de um doador de electrões de diciclo-hexil-dimetoxi-silano em uma quantidade tal que a proporção em peso de TEAL: silano seja igual a cerca de 6,5 com uma quantidade do componente catalisador sólido tal que a proporção molar de TEAL: Ti seja igual a cerca de 65, num reactor a 5° C durante cerca de quinze minutos. O catalisador é em seguida transferido para um outro reactor que contém um excesso de propilano líquido e pré-polimeriza-se o propileno durante três minutos a 20° C.

Na primeira fase operacional, transfere-se o pré-polímero para um outro reactor para efectuar uma polimerização em fase gasosa dos monómeros relevantes para formar a fracção B), do Exemplo 1, e a fracção A), do Exemplo 2. Na segunda fase operacional, o produto do reactor imediatamente precedente é alimentado, depois de se desgasarem os monómeros que não

4.

reagiram, ao segundo reactor em fase gasosa para a polimerização dos monómeros relevantes para se formar o outro dos dois componentes A) ou B), conforme for necessário. No fim da reacção de polimerização da segunda fase operacional, descarrega-se o polímero produzido para dentro de um aparelho de arrastamento com vapor e os monómeros que não reagiram e os produtos voláteis são removidos por tratamento com vapor de água a 105° C à pressão atmosférica, durante cerca de dez minutos e em seguida secos.

Os ingredientes e as respectivas condições de funcionamento são indicados no Quadro 1A e os resultados dos ensaios relativos aos componentes A) e B) e às composições do polímero de propileno finais estão indicados no Quadro 1B. Com referência ao Quadro 1B, empregaram-se os seguintes métodos analíticos.

MÉTODOS ANALÍTICOS

PROPRIEDADES

MÉTODOS

Etileno
(percentagem em peso)

Espectroscopia de infravermelhos.

Buteno-1
(percentagem em peso)

Espectroscopia de infravermelhos.

4.

Ponto de fusão

DSC

Índice de fluidez

ASTM D-1238, condição L

Viscosidade intrínseca
(I.V.)

Determinada em tetra-hidronafta-
leno a 135° C

Fracção solúvel em xileno
(percentagem em peso)

Determinada solubilizando uma
amostra do material em xileno a
125° C e arrefecendo a solução
até à temperatura ambiente. Sepa-
ram-se as fracções solúvel e
insolúvel por filtração

Fracção solúvel em hexano
(percentagem em peso)

Submete-se uma película da compo-
sição com a espessura de 100
micrómetros a extracção com
n-hexeno em autoclave a 50° C
durante duas horas; Depois evapo-
ra-se o n-hexeno e pesa-se o
resíduo seco.

QUADRO 1A

EXEMPLOS	<u>1</u>	<u>2</u>
FASE GASOSA DO PRIMEIRO REACTOR		
Temperatura, °C	65	65
Pressão, atm.	17	17
Tempo de residência, min.	75	75
H ₂ /C ₃ , % em moles	0,003	0,035
H ₂ /C ₂ , % em moles	0,151	-
C ₂ /C ₂ +C ₃ , % em moles	0,023	-
C ₄ /C ₄ +C ₃ , % em moles	0,044	0,178
FASE GASOSA DO SEGUNDO REACTOR		
Temperatura, °C	70	70
Pressão, atm.	17	20
Tempo de residência, min.	45	45
H ₂ /C ₃ , % em moles	0,005	0,025
H ₂ /C ₂ , % em moles	-	0,505
C ₂ /C ₂ +C ₃ , % em moles	-	0,041
C ₄ /C ₄ +C ₃ , % em moles	0,214	-

4.

QUADRO 1B

EXEMPLOS	<u>1</u>	<u>2</u>
Fracção (A), % em peso	52	45,1
Fracção (B), % em peso	48	54,9
Etileno em (B), % em peso	2,5	3,8
Buteno-1 em (A), % em peso	14,2	15,3
Buteno-1 em (B), % em peso	3,6	-
Ponto de fusão *	-	132,8
MIL [*] , g/10 min.	1,65	6,07
I.V. [*] , dl/g	2,31	1,69
Solúveis em xileno a 25° C, % em peso [*]	15,72	11,72
I.V. de solúveis em xileno, dl/g	1,78	1,02
Solúveis em hexeno a 50° C, % em peso [*]	3	5
Rendimento <u>g de polímero[*]</u>		
g de componente de catalisador	6 500	20 000

* em relação à composição de polímero de propileno final.

4.

Determina-se a temperatura de iniciação da vedação (S. I. T.) das composições do polímero de propileno dos Exemplos 1 e 2 submetendo a extrusão as citadas composições a cerca de 200° C, de maneira a obterem-se películas com a espessura de 50 micrómetros. Assenta-se cada uma das películas resultantes numa camada de película com a espessura de 560 micrómetros de polipropileno com um índice de isotacticidade igual a 97 e um índice de fluidez igual a 4,5 g/10 minutos. Coloca-se uma prensa de chapas a 200° C e a uma pressão de 9 000 quilogramas por cima das camadas de películas sobrepostas durante cinco minutos para formar um laminado das duas camadas de película. Estira-se o laminado resultante seis vezes a sua altura na máquina e em direcções cruzadas, utilizando o estirador de película TM Long, obtendo-se uma película laminada com cerca de 20 micrómetros de espessura. Destas películas laminadas orientadas biaxialmente, cortam-se provetas de ensaio com 5 x 10 centímetros. Sobrepõem-se duas das provetas de ensaio acima descritas para cada composição com as camadas feitas da composição de polímero de propileno dos Exemplos 1 ou 2, conforme for o caso, voltadas com as faces uma para a outra. As películas sobrepostas são então vedadas ao longo de 5 centímetros dos lados com um vedador Sentinel Combination Laboratory, modelo 12-12AS. As medições são feitas aplicando uma carga de 300 gramas às amostras vedadas pelo calor durante cinco segundos à pressão de 1,2 atmosferas e com uma largura de soldadura igual a 2,5 centímetros. Aumenta-se a temperatura

4.

real medida de cada amostra de 2° C. As amostras que têm as melhores vedações ou soldaduras são então cortadas para se obterem fitas com 2,5 x 10 centímetros e as extremidades não vedadas das duas amostras são colocadas nos ganchos de um dinamômetro. A S. I. T. é a temperatura à qual a vedação ou a soldadura não se rompe quando se aplica a carga de 300 gramas como se descreveu antes. A S. I. T. para as composições de polímero de propileno dos Exemplos 1 e 2 foram respectivamente iguais a 100° C e 105° C.

EXEMPLO 3

Este Exemplo ilustra um material de película obtido por sopragem com arrefecimento com ar, que compreende a composição de polímero de propileno e um método para a sua preparação.

Prepara-se uma película por sopragem com arrefecimento com ar da composição de polímero de propileno do Exemplo 2, estabilizada com 0,025 parte por 100 partes da composição de polímero de propileno (ppc) de 3,5-bis-(1,1-dimetil-etil)-4-hidroxi-benzeno-propanoato de octadecilo, 0,075 ppc de tetráquis-[metileno-(3,5-di-tércio butil-4-hidroxi-hidrocina-mato)]-metano, 0,08 ppc de composição de Sandostab p-EPQ, da qual o componente principal é tetráquis-(2,4-di-tércio-butyl-fenil)-

4.

-4,4'-bifenileno-difosfonito e 0,05 ppc de estearato de cálcio e a que se adicionou também 0,15 ppc do agente de nucleação Millad 3905, carregando a composição numa máquina de extrusão de parafuso único, submetendo-a a extrusão através de um cunho circular e soprando-a para se obter uma película com a quantidade suficiente de ar para proporcionar uma película com a espessura de 25 micrómetros (1 milésimo de polegada), utilizando o equipamento e as seguintes condições de processamento seguintes :

Parafuso :

Taxa de compressão 3 : 1 a 4 : 1.
Proporção L/D do tipo de barreira de poliolefina = 24 : 1 a 30 : 1.
Proporção de sopragem = 2,5 a 4,1.

Folga do cunho: 1 milímetro (40 milésimos de polegada) para uma espessura de 12,7 a 127 micrómetros (0,5 a 5 milésimos de polegada).

Perfil do tambor da máquina de extrusão :

193° C a 221° C (380° F a 430° F) a partir da zona 1 para a zona 6.

Temperaturas do adaptador e do cunho :

232° C (450° F) excepto nas zonas superior e inferior do cunho, que estão a 238° C (460° F).

Velocidade do parafuso :

20 rotações por minuto.



Pressão : 210 kg/cm^2 (3 000 psi; 21,0 MPa).

As propriedades da película resultante estão indicadas no Quadro 2 seguinte.

4.

QUADRO 2

Resinas

Propriedades	Exemplo 2	HDPE ¹	LLDPE ²
Resistência de cedência (MD/CD ³), psi (MPa)	3432/3461 (24,02/24,23)	3757/3145 (26,30/22,02)	1749/1739 (12,24/12,17)
Resistência à ruptura (MD/CD), psi (MPa)	3432/3461 (24,02/24,23)	3960/3216 (27,72/22,51)	2092/1898 (14,64/13,29)
Alongamento à cedência (MD/CD), %	11/12	30/7	80/17
Alongamento à ruptura (MD/DC), %	112/172	120/350	317/425
Rasgamento de Elemendorf, (MD/CD), g/camada	8/10	10/282	350/790
Rasgamento de Trouser, (MD/CD)	206/320	147/1026	503/758
Névoa	4,8	76,8	8,7
Brilho	72	10	70
Coefficiente de atrito (estático/cinético)	1,08/0,70	0,241/0,192	0,688/0,650
Taxas de transmissão de vapor de humidade a 38° C (100° F) e 100 % de humidade relativa g/100 sq. in/24 horas.	0,987	1,300	-
Resistência ao choque Dart, ft.lb/mil (J)	0,150 (0,12)	0,720 (0,55)	1,020 (0,79)

- 1) Quantum LR 732 HDPE, tendo uma massa volúmica igual a 0,953 g/cm³.
- 2) Dowlex 2045 LLDPE, contendo hexeno-1 e tendo uma massa volúmica igual a 0,920 g/cm³.
- 3) MD/CD = direcção da máquina/direcção perpendicular à direcção da máquina.

Dos valores que se encontram no Quadro 2, pode concluir-se que a composição de polímero de propileno de acordo com a presente invenção proporciona uma película soprada arrefecida com ar com menos névoa, melhor brilho, melhores propriedades de barreira contra a humidade e melhor equilíbrio global de propriedades. Além disso, deve notar-se que os materiais de polímero de propileno, a maior parte dos quais compreendem unidades de propileno, geralmente não se escoam bem, se se escoarem, no equipamento de películas sopradas arrefecidas com ar.

EXEMPLO 4

Este Exemplo ilustra um material de película vazada que compreende a composição de polímero de propileno e uma película obtida por co-extrusão da composição de polímero de propileno e de um homopolímero de propileno e um método para a sua preparação.

Prepara-se uma película vazada da composição do polímero de propileno do Exemplo 2, estabilizada como se referiu no Exemplo 3, com ausência do agente nucleador Millad 3905, e uma película vazada da mesma composição de polímero de propileno estabilizada, a que se adicionou 0,15 ppc do agente de nucleação Millad 3905 (N), carregando cada composição numa

4.

máquina de extrusão, submetendo-a a extrusão através de um cunho de película plana e arrefecendo num rolo de arrefecimento, para originar uma película com a espessura de 25,4 micrómetros (1 milésimo de polegada), usando o equipamento e as condições de processamento seguintes :

Concepção do parafuso :	Proporção de compressão : 4 : 1 a 3 : 1. Profundidade da zona de alimentação: 11 a 12,4 mm (0,435 a 0,490 polegadas) (máquina de extrusão de 8,9 centímetros = 3,5 polegadas com a proporção de compressão de 3,5 : 1). Profundidade da zona de medição : 3,2 a 3,6 mm (0,125 a 0,140 polegadas) para uma máquina de extrusão de 8,9 centímetros (3,5 polegadas).
Cunho :	Tubagem de suporte do revestimento alimentado centralmente convencional.
Condições de funcionamento da máquina de extrusão :	
Temperatura da massa fundida:	221° - 260° C (430° - 500° F)
Tambor da máquina de extrusão :	177° - 216° C (350° - 420° F) partindo da zona 1 para a zona 6.
Temperaturas do adaptador e do cunho :	216° C (420° F).

4.

Prepara-se uma película por co-extrusão com 3,2 micrómetros (1,25 milésimos de polegada) de espessura da composição de polímero de propileno no Exemplo 2 estabilizada como se descreveu no Exemplo 3, com ausência do agente de nucleação Millad 3905, e homopolímero de Pro-Fax PC 942 do propileno tendo um índice de fluidez (MFR) igual a 6,0 dg/minuto, pela técnica da película vazada.

As propriedades da película resultantes estão indicadas no Quadro 3 seguinte.


QUADRO 3

Resinas

Propriedades	Exemplo 2	Exemplo 2 + N	Coex ¹	P-E Co ₂
Resistência de cedência (MD/CD ³), psi (MPa)	2234/2121 (15,64/14,85)	3010/2837 (21,07/19,86)	2785/2635 (19,50/18,45)	2523/2452 (17,66/17,16)
Resistência à ruptura (MD/CD), psi (MPa)	6002/3387 (48,31/23,71)	6442/6317 (45,09/44,22)	5254/3520 (36,78/24,64)	4120/3363 (28,84/23,54)
Alongamento à cedência (MD/CD), %	16/ 13	16/17	10/9	15/10
Alongamento à ruptura (MD/CD), %	571/595	520/523	522/590	522/584
Rasgamento de Elemendorf, (MD/CD), g/camada	44/1019	19/985	51/132	49/102
Nêvoa	1,3	3,2	2,8	2,3
Brilho	86,7	80,4	85,0	78,1
Coefficiente de atrito (estático/cinético)	ausência de deslizamento	1,44/1,03	0,463/0,30	0,291/0,213
Taxas de transmissão de vapor de humidade a 23° C e 90 % de humidade relativa, g/100 sq. in/24 horas.	0,226	0,200	0,152	0,207
Como acima a 37,8° C	0,923	0,887	0,682	0,923

- 1) Composição do polímero de propileno do Exemplo 2/homopolímero de propileno/
/composição do polímero de propileno do Exemplo 2.
- 2) Copolímero aleatório de propileno-etileno com um teor de etileno igual a
3,0 %.
- 3) Direcção da máquina/direcção perpendicular à direcção da máquina.

A partir dos valores indicados no Quadro 3 pode verificar-se que a composição de polímero de propileno de acordo com a presente invenção proporciona uma película vazada com uma resistência mecânica de ruptura superior, alongamento aperfeiçoado à cedência, menos neblina na ausência de agente de nucleação, melhores propriedades de barreira contra a humidade e melhor equilíbrio de propriedades global.

EXEMPLO 5

Este Exemplo refere-se a um material de película orientado biaxialmente que compreende a composição de polímero de propileno e uma película obtida por co-extrusão da composição do polímero de propileno e de um homopolímero de propileno e um processo para a sua preparação.

Prepara-se uma película orientada biaxialmente da composição de polímero de propileno do Exemplo 2 como se descreveu no Exemplo 3, com ausência do agente de nucleação Millad 3905, carregando a composição numa máquina de extrusão, submetendo-a a extrusão através de um cunho com ranhura e arrefecendo a folha assim formada. A folha é em seguida orientada na direcção longitudinal entre os rolos, que rodam com velocidades diferentes e, em seguida, passa para uma estrutura de tenda para orientação em direcção lateral por meio de

4.

cadeias divergentes de grampos. Depois de completada a orientação biaxial, a orientação é bloqueada na película por arrefecimento. A película resultante tem 25 micrómetros (1 milésimo de polegada) de espessura.

Utiliza-se o equipamento e as condições de processamento seguintes :

Perfil de extrusão :	Zona 1	210° C (410° F)
	Zona 2	216° C (420° F)
	Zona 3	221° C (430° F)
	Filtro	221° C (430° F)
	Adaptadores 1 e 2	221° C (430° F)
	Zona do cunho 1	227° C (440° F)
	Zonas 2 e 3	227° C (440° F)
	Rolo de arrefecimento	30° C (86° F)
	Zona 1 de MDO	63° C (145° F)
	Zona 8 de MDO	88° C (190° F)

TDO :	Zonas 1 e 2	143° C (290° F)
	Zona 3	130° C (266° F)
	Zona 4	110° C (230° F)
	Zonas 5 e 6	63° C (145° F)

Velocidade do parafuso : 160 rotações por minuto.

Velocidade da linha : 40 metros/minuto.

4.

Prepara-se uma película com 3,2 micrómetros (1,25 milésimos de polegada) de espessura por co-extrusão da composição de polímero de propileno do Exemplo 2, estabilizada como se descreveu no Exemplo 3, com ausência do agente de nucleação Millad 3905 e homopolímero de Moplen S38F de propileno tendo um valor de índice de fluidez igual a 2 dg/minuto, submetendo a extrusão um laminado de três camadas e orientando biaxialmente como se descreveu antes.

As propriedades da película resultante estão indicadas no Quadro 4 seguinte :

QUADRO 4

Resinas

Propriedades	Exemplo 2	Coex ¹	pp ²
Resistência de cedência (MD/CD ³), psi (MPa)	9860/5914 (69,02/41,40)	20109/6886 (140,76/48,20)	22000/10000 (154,0/70,0)
Resistência à ruptura (MD/CD), psi (MPa)	9680/5874 (67,76/41,12)	20109/5885 (140,76/41,20)	22000/10000 (154,0/70,0)
Alongamento à cedência (MD/CD), %	6/25	11/16	7/30
Alongamento à ruptura (MD/CD), %	6/25	11/16	7/30
Rasgamento de Elemendorf, (MD/CD), g/camada	7/5	5/5	4/5
Névoa	0,1	1,0	1,0
Brilho	95	90	85
Coefficiente de atrito (estático/cinético)	ausência de deslizamento	1,4/0,88	-
Taxas de transmissão de vapor de água a 38° C (100° F) e 100 % de humidade relativa, g/100 sq. in/24 horas.	0,580	0,355	0,40
Resistência ao choque Dart, ft-lb/mil (J)	2,90 (2,23)	4,12 (3,17)	- -
Contração (MD/CD), % a 100° C a 120° C	20/32 60/75	3/3 8/12	- -

- 1) Composição do polímero de propileno do Exemplo 2/homopolímero de propileno/composição de polímero de propileno do Exemplo 2, película obtida por co-extrusão que tem uma S.I.T. igual a 105° C.
- 2) Homopolímero de Moplene S 38F de propileno que tem um índice de fluidez igual a 2,0 dg/minuto e uma temperatura S.I.T. igual a cerca de 163° C.

4.

A partir dos valores indicados no Quadro 4, pode concluir-se que a composição de polímero de propileno de acordo com a presente invenção proporciona uma película orientada biaxialmente com uma S. I. T. superior, melhores propriedades de resistência ao rasgamento de Elemendorf, menos neblina e brilho superior e um melhor equilíbrio global de propriedades.

Podem preparar-se vários tipos de materiais de película de espessura convencional e películas finais com menos de 20 milésimos de polegada de espessura tão finas como cerca de 0,5 milésimo de polegada, utilizando a composição de polímero de propileno descrita na presente memória descritiva, assim como materiais de película espessa, tipicamente referidos como folhas, com a espessura de 20 a 100 milésimos de polegada. Por exemplo, além das películas exemplificadas na presente memória descritiva, pode usar-se para fabricar películas orientadas uniaxialmente e folhas obtidas por extrusão ou calandradas. Além disso, pode aplicar-se uma camada que compreende a composição de polímero de propileno a, por exemplo por laminação ou por técnicas de co-extrusão, pelo menos uma superfície de um material de películas termoplástica ou uma folha metálica ou um substrato de folha. Os materiais termoplásticos típicos incluem homopolímeros de um monômero de alfa-C₂-C₁₀-olefina cristalina, tal como propileno ou etileno ou copolímeros de propileno com etileno e/ou um monômero de alfa-C₄-C₁₀-olefina, com a condição de que, quando a alfa-olefina for etileno, o teor

4

máximo de etileno polimerizado ser igual a cerca de 10 %, preferivelmente igual a cerca de 4 % e, quando a alfa-olefina for uma C_4-C_{10} -olefina, o seu teor máximo polimerizado é igual a cerca de 20 %, preferivelmente cerca de 16 %, assim como poliésteres, poliamidas, copolímeros de etileno/álcool vinílico e copolímeros de etileno/acetato de vinilo. O alumínio é um substrato metálico apropriado.

Além disso, podem preparar-se materiais de película a partir de misturas de cerca de 5 % a 45 % da composição de polímero de propileno descrita na presente memória descritiva com entre cerca de 95 % e 55 % de um homopolímero cristalino de um monômero de alfa- C_2-C_{10} -olefina ou um copolímero de propileno com etileno e/ou um monômero de alfa- C_4-C_{10} -olefina, como se descreveu no parágrafo anterior. Preferivelmente, a quantidade de composição de polímero de propileno presente nessas misturas está compreendida entre 10 % e 30 %.

A composição de polímero de propileno de acordo com a presente invenção é tal que se pode atingir o equilíbrio apropriado de propriedades no produto resultante quando uma camada de película do mesmo é o material aplicado e pelo menos uma superfície de um outro material termoplástico ou a um substrato metálico e quando é misturado com outro material termoplástico e a mistura é utilizada para fabricar materiais de película.

As películas de composição de polímero de propileno e os laminados de película têm pelo menos uma camada assim como as películas preparadas a partir das suas misturas com outros materiais termoplásticos podem ser utilizadas em aplicação de embalagem, da produção de recipientes para produtos químicos e resíduos perigosos e em aplicações médicas.

A expressão "que consiste essencialmente em", tal como é utilizada na presente memória descritiva, exclui uma substância não referida à concentração suficiente para afectar substancialmente de maneira adversa as propriedades essenciais e as características da composição da matéria que está a ser definida, mas que no entanto permite a presença de duas ou mais substâncias não referidas em concentrações insuficientes para afectar de maneira substancialmente adversa as citadas propriedades essenciais e características.

Outras propriedades características, vantagens e formas de realização da presente invenção descritas na presente memória descritiva são facilmente evidentes para os que possuem conhecimentos vulgares sobre o assunto depois de lerem as descrições anteriores. A este respeito, muito embora tenham sido descritas com considerável pormenor formas de realização da presente invenção, podem efectuar-se variações e modificações destas formas de realização sem afastamento do espírito e do âmbito da invenção tal como é descrita e reivindicada.

4.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de um material com a forma de película ou de chapa compreendendo uma composição de polímero de propileno cristalino que é obtido por polimerização dos monómeros relevantes em pelo menos dois andares de tal maneira que os componentes (A) e (B) são preparados em andares separados por qualquer ordem, operando em cada andar subsequente na presença do polímero e do catalisador utilizado no andar precedente, caracterizado pelo facto de os componentes (A) e (B) serem constituídos por :

(A) entre cerca de 30 % e 65 % em peso de um copolímero de propileno com uma alfa-olefina C_4-C_8 contendo entre 80 % e 98 % de propileno e

(B) entre 35 % e 70 % de um copolímero que consiste essencialmente em propileno com etileno tendo um teor de etileno compreendido entre 5 % e 10 %;

e de se transformar a composição resultante num material de película ou de chapa.

4

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de (A) ser um copolímero de propileno e buteno-1.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de o copolímero (A) se encontrar presente em uma quantidade compreendida entre 35 % e 65 % e o copolímero (B) se encontrar presente em uma quantidade compreendida entre 35 % e 65 %, em peso.

4. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de o copolímero (A) se encontrar presente em uma quantidade compreendida entre 45 % e 65 % e o copolímero (B) se encontrar presente em uma quantidade compreendida entre 35 % e 55 %, em peso.

5. Processo para a preparação de um artigo de película ou de chapa, caracterizado pelo facto de se formar uma película ou uma chapa de base de um homopolímero cristalino de um monómero de alfa-olefina C_2-C_{20} ou de um copolímero de propileno com etileno ou de um copolímero de propileno com um monómero de alfa-olefina C_4-C_{10} ou de um copolímero de propileno com etileno e uma alfa-olefina C_4-C_{10} , com a condição de que, quando o referido copolímero é um copolímero com etileno, o teor máximo de etileno é igual a cerca de 10 % e, quando o citado copolímero é um copolímero com uma alfa-olefina C_4-C_{10} ,

4.

o seu teor máximo polimerizado é igual a cerca de 20 %; e de se aplicar a pelo menos uma superfície da película ou da chapa de base uma camada do material preparado pelo processo de acordo com as reivindicações 1, 2 ou 3.

6. Processo para a preparação de um artigo de película ou de chapa, caracterizado pelo facto de se formar uma película ou uma chapa de base de um substrato metálico e de se aplicar a pelo menos uma das suas superfícies uma camada do material preparado pelo processo de acordo com as reivindicações 1, 2 ou 3.

7. Processo para a preparação de um material de película ou de chapa, caracterizado pelo facto de compreender a operação que compreende misturar-se :

1) entre cerca de 5 % e cerca de 45 % de uma composição de polímero de propileno cristalino que se prepara por polimerização dos monómeros relevantes em pelo menos dois andares de tal maneira que os componentes (A) e (B) são preparados em andares separados por qualquer ordem, operando em cada andar subsequente na presença do polímero e do catalisador usado no andar precedente, em que os componentes (A) e (B) são constituídos por :

(A) cerca de 30 % a 65 % em peso de um copolímero de propileno com uma alfa-olefina C_4-C_8 que contém entre 80 % e 98 % em peso de propileno e

(B) 35 % a 70 % em peso de um copolímero que consiste essencialmente em propileno com etileno que tem um teor de etileno compreendido entre 5 % e 10 %; com

2) entre cerca de 95 % e 55 % em peso de um homopolímero cristalino de um monômero de alfa-olefina C_2-C_{10} ou de um copolímero de propileno com etileno ou de um copolímero de propileno com um monômero de alfa-olefina C_4-C_{10} ou de um copolímero de propileno com etileno e alfa-olefina C_4-C_{10} com a condição de que, quando o mencionado copolímero é um copolímero com etileno, o seu teor máximo de etileno polimerizado é igual a cerca de 10 % e quando o citado copolímero é um copolímero com uma alfa-olefina C_4-C_{10} , o seu teor máximo polimerizado é igual a cerca de 20 %; e

de se formar um material com a forma de película ou de chapa a partir da mistura resultante.

8. Processo para a preparação de um material com a forma de película ou de chapa que compreende uma composição de polímero de propileno cristalino que se prepara por polimerização dos monômeros relevantes em pelo menos dois andares de

4.

tal maneira que os componentes (A) e (B) são preparados em andares separados por qualquer ordem, operando em cada andar subsequente na presença do polímero e do catalisador usado no andar precedente, caracterizado pelo facto de os componentes (A) e (B) serem constituídos por :

(A) desde cerca de 45 % a 65 % em peso de um copolímero de propileno com uma alfa-olefina C_4-C_8 contendo entre 80 % e 98 % de propileno e

(B) entre cerca de 35 % e 55 % em peso de um terpolímero de propileno com etileno e uma alfa-olefina C_4-C_8 com um teor de etileno compreendido entre 0,5 % e 5 % em peso e com um teor de alfa-olefina C_4-C_8 compreendido entre 1 % e 9,5 % em peso, em que o teor total de etileno e de alfa-olefina C_4-C_8 está compreendido entre 2 % e 10 % em peso;

e de se formar um material com a forma de película ou de chapa a partir da composição resultante.

9. Processo para a preparação de um material com a forma de película ou de chapa, caracterizado pelo facto de compreender a operação que consiste em misturar-se :

1) entre cerca de 5 % e 45 % em peso de uma composição de polímero de propileno cristalino de acordo com a reivindicação 8; com

4.

2) entre cerca de 95 % e 55 % em peso de um homopolímero cristalino de um monómero de uma alfa-olefina C_2-C_{10} ou de um copolímero de propileno com etileno ou de um copolímero de propileno com um monómero de alfa-olefina C_4-C_{10} ou de um copolímero de propileno com etileno e alfa-olefina C_4-C_{10} , com a condição de que, quando o referido copolímero é um copolímero com etileno, o seu teor máximo de etileno polimerizado é igual a cerca de 10 % e, quando o mencionado copolímero é um copolímero com uma alfa-olefina C_4-C_{10} , o seu teor máximo polimerizado é igual a cerca de 20 %;

e de se formar um material com a forma de película ou de chapa a partir da mistura resultante.

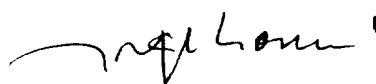
10. Processo para a preparação de um artigo com a forma de película ou de chapa, caracterizado pelo facto de **compreender a operação que consiste em formar uma película ou uma chapa de um homopolímero cristalino de um monómero de alfa-olefina C_2-C_{10} ou de um copolímero de propileno com etileno ou de um copolímero de propileno com um monómero de alfa-olefina C_4-C_{10} ou de um copolímero de propileno com etileno e uma alfa-olefina C_4-C_{10} , com a condição de que, quando o citado copolímero é um copolímero com etileno, o teor máximo de etileno polimerizado é igual a cerca de 10 % e, quando o referido copolímero é um copolímero com uma alfa-olefina C_4-C_{10} , o seu teor máximo polimerizado é igual a cerca de 20 %, e de se aplicar a**

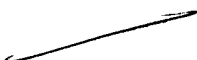
4.

pelo menos uma superfície da película ou da chapa de base uma camada do material de acordo com a reivindicação 8.

11. Processo para a preparação de um artigo com a forma de película ou de chapa, caracterizado pelo facto de compreender a operação que consiste em se formar uma película ou uma chapa de base de um substrato metálico e de se aplicar a pelo menos uma sua superfície uma camada do material de acordo com a reivindicação 8.

O Agente Oficial da Propriedade Industrial





4

R E S U M O

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE PELÍCULAS E LAMINADOS DE POLÍMERO DE PROPILENO"

Descreve-se um processo para a preparação de películas ou chapas, que consiste em se obter primeiramente uma composição de polímero de propileno cristalino que é constituída por :

(A) entre cerca de 30 % e 65 % em peso de um copolímero de propileno com uma alfa-olefina C_4-C_8 que contém entre 80 % e 98 % em peso de propileno e

(B) entre 35 % e 70 % em peso de um copolímero ou terpolímero de propileno com etileno e opcionalmente uma alfa-olefina C_4-C_8 , tendo um teor de etileno compreendido entre 5 % e 10 % em peso quando o etileno é o único comonômero e um teor de etileno compreendido entre 0,5 % e 5 % em peso e um teor de alfa-olefina C_4-C_8 compreendido entre 1 % e 9,5 % em peso quando se utilizam como comonômeros tanto etileno como também uma alfa-olefina C_4-C_8 , transformando-se depois a composição resultante num material de película ou de chapa.

4.

Também se descrevem películas ou chapas obtidas por coextrusão e laminados em que pelo menos uma camada é uma película ou chapa como se descreveu antes e películas ou chapas de misturas da composição polimérica de propileno e um polímero de olefina como se descrevem também.

O Agente Oficial da Propriedade Industrial

