

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 928 333**

51 Int. Cl.:

B32B 27/32 (2006.01)

C08L 23/06 (2006.01)

B32B 27/30 (2006.01)

C08J 5/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.05.2017 PCT/CN2017/083934**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.11.2018 WO18205220**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.05.2017 E 17909582 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.08.2022 EP 3621807**

54 Título: **Películas de invernadero multicapa de poliolefina con alta transparencia**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
17.11.2022

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**CHEN, YONG;
YUN, XIAOBING y
DU, LIBO**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 928 333 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

Películas de invernadero multicapa de poliolefina con alta transparencia

5 Campo técnico

Las realizaciones descritas en el presente documento se refieren generalmente a películas de poliolefina multicapa y se refieren específicamente a películas de invernadero de poliolefina multicapa que muestran una excelente transparencia y resistencia mecánica, que hace que las películas sean adecuadas para aplicaciones de películas de invernadero.

10 Antecedentes

Las películas de invernadero se usan ampliamente para modular las condiciones ambientales, especialmente la temperatura y la humedad, y así permitir el crecimiento de la planta a una mayor tasa de crecimiento y rendimiento. La claridad de la película es fundamental especialmente en regiones frías para permitir que suficiente luz solar se introduzca en el invernadero para elevar la temperatura interna, especialmente por la mañana. Esto permite que la temperatura en el invernadero sea suficiente a una temperatura más baja para evitar daños en las plantas y también para aumentar la tasa de crecimiento de la planta y el rendimiento a la temperatura y humedad apropiadas. Las propiedades mecánicas de la película, tales como resistencia a la tracción, resistencia al desgarro, tenacidad, suavidad, también son muy importantes para garantizar la vida útil de las películas de invernadero de varios meses a más de cinco años. El documento US9126269 describe una película soplada de poliolefina multicapa.

Por consiguiente, existe una necesidad de películas de invernadero de poliolefina que proporcionen simultáneamente claridad de película y resistencia de película.

Resumen

Las realizaciones de la presente descripción cumplen esas necesidades proporcionando una película de poliolefina multicapa adecuada para su uso en aplicaciones de invernadero, teniendo la película al menos una capa central, dos capas exteriores y dos capas subexteriores, donde la película multicapa tiene propiedades ópticas superiores y buena resistencia mecánica en comparación con las películas de invernadero convencionales.

De acuerdo con una realización, se proporciona una película multicapa que comprende al menos 5 capas. Las 5 capas comprenden una capa central, al menos dos capas exteriores, y al menos dos capas subexteriores dispuestas entre la capa central y las dos capas exteriores. La capa central comprende al menos el 60 % en peso de polietileno lineal de baja densidad (LLDPE, por sus siglas en inglés) que tiene una densidad de 0,900 a 0,945 g/cc y un índice de fusión (I_2) de 0,5 a 2,0 g/10 min cuando se mide de acuerdo con ASTM D1238 a 190 °C y 2,16 kg de carga. Las capas subexteriores comprenden al menos el 60 % en peso de polietileno de baja densidad (LDPE, por sus siglas en inglés) que tiene una densidad de 0,912 a 0,935 g/cc, un índice de fusión, I_2 , de 0,15 a 2,0 g/10 min. Las capas exteriores comprenden al menos el 80 % en peso de LLDPE que tiene una densidad de 0,900 a 0,945 g/cc y un índice de fusión, I_2 , de 0,5 a 2,0 g/10 min, donde LLDPE comprende LLDPE C6, LLDPE C8 o combinaciones de los mismos. Cada capa exterior tiene un espesor inferior al 25 % del espesor global de la película multicapa. Además, la película multicapa comprende en una capa exterior al menos el 0,1 % en peso de estabilizador ultravioleta (UV).

Estas y otras realizaciones se describen con más detalle en la siguiente descripción detallada.

50 Breve descripción de los dibujos

La siguiente descripción detallada de realizaciones específicas de la presente descripción puede entenderse mejor cuando se lee junto con los siguientes dibujos, donde la estructura similar se indica con números de referencia similares y en los que:

La figura 1 es una vista esquemática de la película multicapa de acuerdo con una o más realizaciones de la presente descripción.

Descripción detallada

Definiciones

El término “polímero” 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”, normalmente empleado para referirse a polímeros preparados a partir de solo un tipo de monómero, así como “copolímero”, que se refiere a polímeros preparados a partir de dos o más monómeros diferentes. El término

“interpolímero”, como se usa en el presente documento, se refiere a un polímero preparado mediante la polimerización de al menos dos tipos diferentes de monómeros. El término genérico interpolímero incluye así copolímeros, y polímeros preparados a partir de más de dos tipos diferentes de monómeros, tales como terpolímeros.

“Polietileno” o “polímero a base de etileno” significará polímeros que comprenden más del 50 % en peso de unidades que se han derivado de monómero de etileno. Esto incluye homopolímeros o copolímeros de polietileno (que significa unidades derivadas de dos o más comonómeros). Las formas comunes de polietileno conocidas en la técnica incluyen polietileno de baja densidad (LDPE); polietileno lineal de baja densidad (LLDPE); polietileno de densidad ultra baja (ULDPE); polietileno de densidad muy baja (VLDPE); polietileno lineal de baja densidad catalizado de un solo sitio, que incluye resinas tanto lineales como sustancialmente lineales de baja densidad (m-LLDPE); polietileno de densidad media (MDPE); y polietileno de alta densidad (HDPE).

El término “ULDPE” se define como un copolímero a base de polietileno que tiene una densidad en el intervalo de 0,895 a 0,915 g/cc.

El término “LDPE” también puede denominarse “polímero de etileno a alta presión” o “polietileno altamente ramificado” y se define como que significa que el polímero está parcial o totalmente homopolimerizado o copolimerizado en reactores de autoclave o tubulares a presiones superiores a 14,500 psi (100 MPa) con el uso de iniciadores de radicales libres, tales como peróxidos (véase, por ejemplo, la patente estadounidense US-4.599.392).

El término “LLDPE” incluye tanto resina realizada usando los sistemas de catalizadores de Ziegler-Natta tradicionales como catalizadores de sitio único tales como metalocenos (a veces denominados “m-LLDPE”). Los LLDPE contienen menos ramificación de cadena larga que los LDPE e incluyen los polímeros de etileno sustancialmente lineales que se definen adicionalmente en las patentes estadounidenses US-5.272.236, US-5.278.272, US-5.582.923 y US-5.733.155; las composiciones de polímero de etileno lineales homogéneamente ramificadas tales como las de la patente estadounidense US-3.645.992; los polímeros de etileno heterogéneamente ramificados tales como los preparados de acuerdo con el proceso descrito en la patente estadounidense US-4.076.698; y/o mezclas de los mismos (tales como los descritos en las patentes estadounidenses US-3.914.342 o US-5.854.045). El LLDPE se puede preparar mediante polimerización en fase gaseosa, en fase de solución o en suspensión o cualquier combinación de los mismos, usando cualquier tipo de reactor o configuración de reactor conocido en la técnica, incluyendo, pero sin limitarse a, reactores de fase gaseosa y de solución.

El término “LLDPE C6” se refiere a polímeros a base de etileno producidos a partir de monómero de etileno y comonómero de hexeno. De manera similar, “LLDPE C4” se refiere a polímeros a base de etileno producidos a partir de monómero de etileno y comonómero de buteno, y “LLDPE C8” se refiere a polímeros a base de etileno producidos a partir de monómero de etileno y comonómero de octeno.

El término “HDPE” se refiere a polietilenos que tienen densidades mayores de aproximadamente 0,940 g/cc, que generalmente se preparan con catalizadores Ziegler-Natta, catalizadores de cromo o incluso catalizadores de metaloceno.

El término “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 total del polímero) y opcionalmente puede comprender al menos un comonómero polimerizado.

“Película multicapa” significa cualquier estructura que tenga más de una capa. Por ejemplo, la estructura multicapa puede tener cinco o más capas.

Ahora se hará referencia en detalle a realizaciones de película multicapa de la presente descripción, específicamente películas usadas en aplicaciones de películas de invernadero.

Las realizaciones se dirigen a una película multicapa que comprende al menos 5 capas. Con referencia a la figura 1, la película multicapa 10 de 5 capas comprende una capa central 12, al menos dos capas exteriores 14 y 15, y al menos dos capas subexteriores 16 y 17 dispuestas entre la capa central 12 y las dos capas exteriores 14 y 15.

La capa central 12 puede comprender al menos el 60 % en peso de polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) que tiene una densidad de 0,900 a 0,945 g/cc y un índice de fusión (I_2) de 0,5 a 2,0 g/10 min cuando se mide de acuerdo con ASTM D1238 a 190 °C y 2,16 kg de carga. Las capas subexteriores 16 y 17 pueden comprender al menos el 60 % en peso de polietileno de baja densidad (LDPE) que tiene una densidad de 0,912 a 0,935 g/cc, un índice de fusión, I_2 , de 0,15 a 2,0 g/10 min. Las capas exteriores 14 y 15 comprenden al menos el 80 % en peso de LLDPE que tiene una densidad de 0,900 a 0,945 g/cc y un índice de fusión, I_2 , de 0,5 a 2,0 g/10 min, donde LLDPE es LLDPE C6, LLDPE C8 o combinaciones de los mismos. Cada capa exterior 14 y 15 tiene un espesor inferior al 25 % del espesor global de la película multicapa. La película multicapa comprende al menos el 0,1 % en peso de estabilizador ultravioleta (UV).

Capa central

Como se indicó anteriormente, la capa central comprende al menos el 60 % en peso de LLDPE, sin embargo, en realizaciones adicionales, la capa central puede comprender al menos el 70 % en peso de LLDPE, al menos el 80 % en peso de LLDPE, o al menos el 90 % en peso de LLDPE, o al menos el 95 % en peso de LLDPE o el 100 % en peso de LLDPE. En una o más realizaciones, el LLDPE de la capa central puede comprender una densidad de 0,900 a 0,945 g/cc, 0,905 a 0,935 g/cc, o de 0,910 a 0,930 g/cc, o de 0,915 a 0,925 g/cc. El índice de fusión (I_2) del LLDPE puede ser de 0,5 a 2,0 g/10 min, o de 0,75 a 1,5 g/10 min, o de 0,75 a 1,0 g/10 min.

En realizaciones adicionales, el LLDPE de la capa central puede comprender LLDPE C4, LLDPE C6, LLDPE C8 o combinaciones de los mismos. En una realización, el LLDPE de la capa central es LLDPE C6. Los productos LLDPE comerciales adecuados pueden incluir DOWLEX™ 2645G, un LLDPE C6 de la empresa The Dow Chemical Company (Midland, MI).

En realizaciones adicionales, se contempla incluir componentes adicionales en la capa central, tales como polímeros a base de etileno adicionales. Estos pueden incluir, pero no se limitan a, MDPE, HDPE, LDPE, o combinaciones de los mismos. El HDPE puede tener una densidad de 0,945 a 0,965 g/cc y un índice de fusión (I_2) de 0,5 a 5,0 g/10 min.

Capas subexteriores

Como se indicó anteriormente, las capas subexteriores comprenden al menos el 60 % en peso de LDPE, sin embargo, en realizaciones adicionales, las capas subexteriores pueden comprender al menos el 70 % en peso de LDPE, al menos el 80 % en peso de LDPE, o al menos el 90 % en peso de LDPE, o al menos el 95 % en peso de LDPE, o el 100 % en peso de LDPE.

El LDPE de las capas subexteriores puede tener una densidad de 0,912 a 0,935 g/cc, o de 0,915 a 0,925 g/cc, o de 0,920 a 0,925 g/cc. En una o más realizaciones, el LDPE de las capas subexteriores puede tener un índice de fusión, I_2 , de 0,15 a 2,0 g/10 min, o de 0,2 a 1,0 g/10 min, o de 0,5 a 1,0 g/10 min, o de 0,25 a 0,75 g/10 min.

Los LDPE pueden ser LDPE bien conocidos disponibles comercialmente, y pueden realizarse mediante cualquiera de una variedad de procesos, tales como los descritos anteriormente. Los LDPE disponibles comercialmente incluyen, pero no se limitan a, LDPE disponibles bajo los nombres comerciales DOW™ LDPE 150E y DOW™ LDPE 310E, de la empresa The Dow Chemical Company (Midland, MI).

Al igual que la capa central, se contempla incluir componentes adicionales en las capas subexteriores, tales como polímeros a base de etileno adicionales. Estos pueden incluir, pero no se limitan a, MDPE, HDPE, LLDPE, o combinaciones de los mismos.

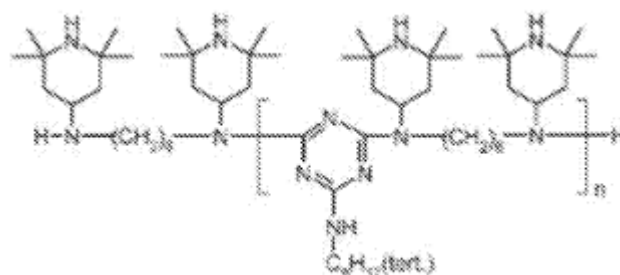
Capas exteriores

Como se indicó anteriormente, la capa exterior comprende al menos el 80 % en peso de LLDPE, sin embargo, en realizaciones adicionales, la capa exterior puede comprender al menos el 90 % en peso de LLDPE, al menos el 95 % en peso o el 100 % en peso de LLDPE. En una o más realizaciones, el LLDPE de la capa exterior puede comprender una densidad de 0,900 a 0,945 g/cc, 0,905 a 0,935 g/cc, o de 0,910 a 0,930 g/cc, o de 0,915 a 0,925 g/cc. El índice de fusión (I_2) del LLDPE puede ser de 0,5 a 2,0 g/10 min, o de 0,75 a 1,5 g/10 min, o de 0,75 a 1,0 g/10 min.

En una o más realizaciones, el LLDPE de las capas exteriores puede comprender LLDPE C6, LLDPE C8 o combinaciones de los mismos. Como se indicó anteriormente, la capa central puede incluir LLDPE C4; sin embargo, se descubrió sorprendentemente que la inclusión de LLDPE C6 y LLDPE C8 en la capa central en lugar de LLDPE C4 produce propiedades ópticas y de resistencia mejoradas en la película multicapa. En una realización, el LLDPE de la capa exterior es LLDPE C6. Los productos LLDPE comerciales adecuados pueden incluir DOWLEX™ 2645G de la empresa The Dow Chemical Company (Midland, MI).

Estabilizador UV

Adicionalmente, se contemplan diversos estabilizadores UV como adecuados. En una realización, el estabilizador UV se incluye en la capa exterior; sin embargo, se contempla que el estabilizador UV pueda incluirse en otras capas de la película multicapa. En una realización, el estabilizador UV incluye estabilizadores de luz de amina impedida (HALS, por sus siglas en inglés). Los HALS son estabilizadores térmicos a largo plazo que actúan atrapando radicales libres formados durante la fotooxidación de materiales plásticos, limitando así el proceso de fotodegradación. La capacidad de los HALS para eliminar radicales creados por absorción UV se explica mediante la formación de radicales de nitroxilo a través de un proceso conocido como el ciclo Denisov. Un ejemplo comercial adecuado del estabilizante HALS UV es Chimassorb 944 (n.º de CAS 71878-19-8) de la empresa BASF, con la estructura a continuación:



Película multicapa

Aunque se contemplan diversos componentes y cantidades para la película multicapa, los componentes clave son LDPE y LLDPE. En una o más realizaciones, la película multicapa comprende del 15 al 50 % en peso de LDPE. En otra realización, la película multicapa puede comprender del 50 al 85 % en peso de LLDPE. Además, aunque las películas multicapa se basan principalmente en polietileno, la película multicapa puede, en algunas realizaciones, incluir polímero basado en propileno. En realizaciones alternativas, la película multicapa puede estar exenta de polímero a base de propileno.

En las películas de invernadero convencionales, se usa comúnmente acrilato de vinilo de etileno. En realizaciones opcionales de la presente descripción, puede incluirse acrilato de vinilo de etileno en una o más capas de la presente película multicapa. En realizaciones adicionales, la película multicapa puede comprender una capa adicional que comprende acrilato de vinilo de etileno. Sin embargo, en otras realizaciones de la presente descripción, la capa central, las capas subexteriores y las capas exteriores están exentas de polímeros de acrilato, tales como acrilato de vinilo de etileno.

Además, pueden incluirse otros aditivos en la película multicapa, tales como antioxidantes, absorbentes de UV, absorbentes de infrarrojos (IR), agentes antinebulización y agentes antigoteo.

Aunque la discusión de las películas multicapa en esta aplicación se centró en películas de 5 capas, también se contemplan películas que tienen más de 5 capas. Adicionalmente, se contemplan diversos espesores para las películas multicapa. Por ejemplo, la película multicapa puede tener un espesor global de 50 a 150 μm , o de 50 a 100 μm . Como se ha indicado anteriormente, cada capa exterior puede tener un espesor inferior al 25 % del espesor global de la película multicapa. Sin estar limitado a la teoría, las capas exteriores que comprenden LLDPE C6 o LLDPE C8 en este intervalo de espesor desempeñan un papel significativo en la provisión de las propiedades ópticas deseadas para la película de invernadero al tiempo que proporcionan la resistencia deseada a la película multicapa.

Con referencia a las propiedades ópticas, la película multicapa puede mostrar una turbidez inferior al 10 % a un espesor global de 80 μm , medido de acuerdo con la norma ASTM D1003. Además, la película multicapa puede mostrar una claridad superior al 95 % a un espesor global de 80 μm .

Métodos de prueba

Los métodos de prueba utilizados en la aplicación y los siguientes ejemplos se incluyen a continuación.

Índice de fusión (I_2)

El índice de fusión (I_2) se midió de acuerdo con ASTM D-1238 a 190 °C a 2,16 kg. Los valores se notifican en g/10 min, que corresponden a gramos eluidos por 10 minutos.

Densidad

La densidad se mide de acuerdo con ASTM D792 en gramos/centímetros cúbicos (g/cc o g/cm³), y las muestras se prepararon mediante moldeo por compresión siguiendo ASTM D4703.

Cromatografía de permeación en gel convencional (GPC conv.)

Un sistema cromatográfico de alta temperatura GPC-IR de la empresa PolymerChar (Valencia, España) estaba equipado con un detector de dispersión de luz láser de 2 ángulos de la empresa Precision Detectors (Amherst, MA), modelo 2040, un detector de infrarrojos IR5 y un viscosímetro de 4 capilares, ambos de la empresa PolymerChar. La recopilación de datos se realizó utilizando el *software* de la empresa PolymerChar Instrument Control y la interfaz de recopilación de datos. El sistema estaba equipado con un dispositivo de desgasificación de disolvente en línea y un sistema de bombeo de la empresa Agilent Technologies (Santa Clara, CA).

La temperatura de inyección se controló a 150 grados Celsius. Las columnas usadas, fueron tres, columnas “Mixed-B” de 10 micrómetros de la empresa Polymer Laboratories (Shropshire, Reino Unido). El disolvente usado fue 1,2,4-triclorobenceno. Las muestras se prepararon a una concentración de “0,1 gramos de polímero en 50 mililitros de disolvente” El disolvente cromatográfico y el disolvente de preparación de la muestra contenían cada uno “200 ppm de hidroxitolueno butilado (BHT).” Ambas fuentes de disolvente se rociaron con nitrógeno. Las muestras de polímero a base de etileno se agitaron suavemente a 160 grados Celsius durante tres horas. El volumen de inyección fue “200 microlitros” y el caudal fue “1 mililitros/minuto” El conjunto de columnas de GPC se calibró ejecutando los estándares de poliestireno de 21 “distribución estrecha de peso molecular”. El peso molecular (MW, por sus siglas en inglés) de los estándares varía de 580 a 8.400.000 g/mol, y los estándares estaban contenidos en seis mezclas “cóctel”. Cada mezcla estándar tenía al menos una década de la separación entre los pesos moleculares individuales. Las mezclas estándar se adquirieron de la empresa Polymer Laboratories. Los estándares de poliestireno se prepararon a “0,025 g en 50 ml de disolvente” para pesos moleculares iguales a, o superiores a, 1.000.000 g/mol, y a “0,050 g en 50 ml de disolvente” para pesos moleculares inferiores a 1.000.000 g/mol.

Los estándares de poliestireno se disolvieron a 80 °C, con agitación suave, durante 30 minutos. Las mezclas estrechas de estándares se realizaron primero, y en orden de disminución del “componente de peso molecular más alto”, para minimizar la degradación. Los pesos moleculares de picos estándar de poliestireno se convirtieron en peso molecular de polietileno usando la ecuación 1 (como se describe en Williams y Ward, *J. Polym. Sci., Polym. Letters*, 6, 621 (1968)):

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

donde M es el peso molecular, A es igual a 0,4316 y B es igual a 1,0.

El peso molecular promedio en número (Mn(conv gpc)), peso molecular promedio en peso (Mw(conv gpc) y peso molecular promedio z (Mz(conv gpc)) se calcularon de acuerdo con las ecuaciones 2-4 a continuación.

$$Mn(\text{conv gpc}) = \frac{\sum_{i=RV}^{i=RV} \text{final de integración} \left(\frac{[IR]_{\text{canal de medición}_i}}{M_{PE_i}} \right)}{\sum_{i=RV}^{i=RV} \text{final de integración} \left(IR_{\text{canal de medición}_i} / M_{PE_i} \right)} \quad (\text{ec. 2})$$

$$Mw(\text{conv gpc}) = \frac{\sum_{i=RV}^{i=RV} \text{final de integración} \left(\frac{[M_{PE_i} IR]_{\text{canal de medición}_i}}{M_{PE_i}} \right)}{\sum_{i=RV}^{i=RV} \text{final de integración} \left(IR_{\text{canal de medición}_i} \right)} \quad (\text{ec. 3})$$

$$Mz(\text{conv gpc}) = \frac{\sum_{i=RV}^{i=RV} \text{final de integración} \left(\frac{[M_{PE_i}^3 IR]_{\text{canal de medición}_i}}{M_{PE_i}} \right)}{\sum_{i=RV}^{i=RV} \text{final de integración} \left(M_{PE_i} IR_{\text{canal de medición}_i} \right)} \quad (\text{ec. 4})$$

En las ecuaciones 2-4, la RV es el volumen de retención de columna (espaciado linealmente), recogido en “1 punto por segundo”, el IR es la señal del detector de IR sustraído de referencia, en voltios, del canal de medición IR5 del instrumento GPC, y M_{PE} es el MW equivalente de polietileno determinado a partir de la ecuación 1. El cálculo de los datos se realizó utilizando el *software* “GPC One (versión 2.013H)” de la empresa PolymerChar.

Turbidez

La turbidez se midió de acuerdo con ASTM D1003 utilizando el medidor BYK Gardner Haze-gard.

Claridad

La claridad se mide de acuerdo con el método de ensayo BYK utilizando un medidor BYK Gardner Haze-gard.

Resistencia al desgarro de elmendorf

La resistencia al desgarro de Elmendorf se mide en la dirección de la máquina (MD, por sus siglas en inglés) y en la dirección transversal (TD, por sus siglas en inglés) de acuerdo con ASTM D1922.

Resistencia al impacto por dardo

La resistencia al impacto por dardo (a veces denominada “caída de dardo”) se mide de acuerdo con el método A ASTM D1709, a 26 pulgadas $\pm$ 0,4 pulgadas (66 cm $\pm$ 1 cm) de altura y un cabezal hemisférico de aluminio pulido de 38,10 $\pm$ 0,13 mm de diámetro.

Propiedades de tracción

La resistencia a la tracción y el alargamiento a la rotura se midieron en la dirección de la máquina (MD) y en la dirección transversal (TD) de acuerdo con ASTM D882.

5 Ejemplos

Los siguientes ejemplos ilustran características de la presente descripción pero no pretenden limitar el alcance de la descripción. La tabla 1 enumera las resinas de etileno comerciales usadas en los ejemplos a continuación.

10 Tabla 1: resinas comerciales usadas en los ejemplos:

Resinas	Tipo	MI (g/10 min)	Densidad (g/cc)	Proveedor
DOWLEX™ 2645G	C6 LLDPE	0,9	0,919	The Dow Chemical Company (Midland, MI)
CEFOR™ 1211P	C4 LLDPE	1,0	0,918	The Dow Chemical Company
DOW™ LDPE 150E	LDPE	0,25	0,921	The Dow Chemical Company
DOW™ LDPE 310E	LDPE	0,75	0,924	The Dow Chemical Company

15 Para demostrar la diferencia de propiedad entre LLDPE C4 y LLDPE C6, se prepararon películas monocapa LLDPE C4 y LLDPE C6 en una línea de película de extrusión usando los parámetros del proceso enumerados en la tabla 2. La fabricación de la película se realizó en una línea Covex de 45 mm soplada de extrusión. Las películas monocapa se sometieron a las pruebas de resistencia enumeradas en la tabla 3. Como se muestra en la tabla 3, la película monocapa preparada con LLDPE C6 mostró propiedades físicas mucho mejores en comparación con la película monocapa que comprende LLDPE C4.

20 Tabla 2: condiciones de fabricación de película monocapa

Relación de soplado	2,5
Espacio de matriz	1,5 mm
Velocidad de salida	22,5 kg/h
Grosor de la película monocapa	50 µm

25 Tabla 3. Propiedades físicas de las películas monocapa preparadas con comonomero LLDPE C4 y comonomero LLDPE C6

Película monocapa	Turbidez (%)	Resistencia a la tracción de rotura (MPa) @ MD	Resistencia a la tracción de rotura (MPa) @ TD	Elongación de tracción de rotura (%) @ MD	Elongación de tracción de rotura (%) @ TD	Resistencia al desgarro de Elmendorf (g) @ MD	Resistencia al desgarro de Elmendorf (g) @ TD	Resistencia al impacto por dardo de tipo A (g)
C4 LLDPE CEFOR™ 1211P	17,0	26,0	22,0	650	1031	180	460	170
C6 LLDPE DOWLEX™ 2645G	14,0	31,0	31,5	570	922	780	1020	470

Ejemplos de película multicapa de 5 capas

30 Las películas sopladas de 5 capas de ejemplo como se enumeran en la tabla 5 se fabricaron en una línea de película soplada por coextrusión de 5 capas usando las condiciones de fabricación enumeradas en la tabla 4.

Tabla 4: condiciones de fabricación de película multicapa

Diámetro del husillo	30 mm
Diámetro de la matriz	120 mm
Temperatura del cilindro	180-205 °C
Relación de soplado	2,3
Anchura horizontal	430 mm
Grosor de la película multicapa	80 µm

La relación de capa de película de las películas multicapa se controló mediante la velocidad de husillo de cada extrusora y se confirmó comprobando la superficie de la sección transversal de la película mediante microscopía.

Tabla 5. Películas sopladas de cinco capas y sus propiedades físicas

	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo 1	Ejemplo 2
Capa exterior	DOWLEX™ 2645G 33 % + CEFOR™ 1211P 33 % + LDPE 150E 33 %	DOWLEX™ 2645G 33 % + CEFOR™ 1211P 33 % + LDPE 310E 33 %	CEFOR™ 1211P 100 %	DOWLEX™ 2645G 100 %	DOWLEX™ 2645G 100 %	DOWLEX™ 2645G 100 %
Capa subexterior	DOWLEX™ 2645G 33 % + CEFOR™ 1211P 33 % + LDPE 150E 33 %	DOWLEX™ 2645G 33 % + CEFOR™ 1211P 33 % + LDPE 310E 33 %	CEFOR™ 1211P 100 %	LDPE 310E 100 %	LDPE 310E 100 %	LDPE 150E 100 %
Capa central	DOWLEX™ 2645G 33 % + CEFOR™ 1211P 33 % + LDPE 150E 33 %	DOWLEX™ 2645G 33 % + CEFOR™ 1211P 33 % + LDPE 310E 33 %	LDPE 150E 100 %	CEFOR™ 1211P 100 %	CEFOR™ 1211P 100 %	CEFOR™ 1211P 100 %
Capa subexterior	DOWLEX™ 2645G 33 % + CEFOR™ 1211P 33 % + LDPE 150E 33 %	DOWLEX™ 2645G 33 % + CEFOR™ 1211P 33 % + LDPE 310E 33 %	CEFOR™ 1211P 100 %	LDPE 310E 100 %	LDPE 310E 100 %	LDPE 150E 100 %
Composición de capa exterior	DOWLEX™ 2645G 33 % + CEFOR™ 1211P 33 % + LDPE 150E 33 %	DOWLEX™ 2645G 33 % + CEFOR™ 1211P 33 % + LDPE 310E 33 %	CEFOR™ 1211P 100 %	DOWLEX™ 2645G 100 %	DOWLEX™ 2645G 100 %	DOWLEX™ 2645G 100 %
Relación de capas (exterior:subexterior; central:subexterior: exterior)	1:1:2:1:1	1:1:2:1:1	1:1:2:1:1	3,5:1:1:1:3,5	1:1:2:1:1	1:1:2:1:1
Grosor de la capa (um) (exterior:subexterior: central:subexterior: exterior), total 80 um	13/13/28/13/13	13/13/28/13/13	13/13/28/13/13	28/8/8/8/28	13/13/28/13/ 13	13/13/28/13/ 13
Turbidez (%)	20,5	11,5	11,3	10,4	6,9	8,9
Claridad (%)	74,4	90,9	98,7	99,2	98,6	96,6
Resistencia a la tracción de rotura (MPa) @ MD	32,4	29,5	21,0	35,8	25,0	26,4
Resistencia a la tracción de rotura (MPa) @ TD	29,6	30,6	25,4	38,1	29,7	27,6
Elongación de tracción de rotura (%) @ MD	843	858	692	948	623	731
Elongación de tracción de rotura (%) @ TD	1031	922	952	1105	836	968
Resistencia al desgarro de Elmendorf (g) @ MD	222	281	347	1051	437	507

	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo 1	Ejemplo 2
Resistencia al desgarro de Elmendorf (g) @ TD	1102	1153	427	1237	1158	981
Resistencia al impacto por dardo de tipo A (g)	314	284	327	507	321	426

Como se muestra en la tabla 5, los ejemplos comparativos 1 y 2, que incluyen ambas mezclas de LLDPE C4, LLPDE C6 y LDPE en cada capa, demostraron propiedades ópticas indeseables. El ejemplo comparativo 1, que utilizó LDPE con un índice de fusión I_2 de 0,25 MI, mostró poca transparencia de película como se indica por valores de alta turbidez y baja claridad. Específicamente, el ejemplo comparativo 1 mostró una alta turbidez de película (20,5 %) y baja claridad (74,4 %), lo que no es deseable para aplicaciones de películas de invernadero. En comparación con el ejemplo comparativo 1, la sustitución de LDPE MI bajo (0,25 MI) con un índice de fusión superior LDPE ($I_2 = 0,75$) en el ejemplo comparativo 2 mejoró las propiedades ópticas de película en comparación con el ejemplo comparativo 1. Sin embargo, las propiedades ópticas aún no eran deseables según lo indicado por la alta turbidez de película (11,5 %) y baja claridad (90,9 %), que no es preferente para aplicaciones de películas de invernadero.

El ejemplo comparativo 3, que incluyó LDPE ($I_2 = 0,25$) en la capa central y LLDPE C4 en las capas subexteriores y capas exteriores, demostraron propiedades ópticas de película mejoradas en comparación con los ejemplos comparativos 1 y 2. Sin embargo, las propiedades ópticas aún no eran deseables según lo indicado por la alta turbidez de película (11,3 %). Además, la resistencia a la tracción de la película fue la más baja de las películas de prueba que no es deseable para aplicaciones de películas de invernadero.

El ejemplo comparativo 4, que incluyó LLDPE C4 en la capa central, LDPE ($I_2 = 0,75$) en las capas subexteriores y LLDPE C6 en las capas exteriores, y una relación de capas de cada capa exterior es ~35 %, mostró propiedades ópticas de película mejoradas en comparación con los ejemplos comparativos 1, 2 y 3. Sin embargo, la óptica de película global no era deseable según lo indicado por la alta turbidez de película (>10,0 %). Este resultado indeseable de turbidez se debe al menos en parte a los espesores más grandes de las capas exteriores.

El ejemplo 1, que incluyó LLDPE C4 como capa central, LDPE ($I_2 = 0,75$) en las capas subexteriores, LLDPE C6 en las capas exteriores y una relación de capas de cada capa exterior de aproximadamente el 17 %, mostró la mejor óptica como se indica en una baja turbidez (6,9 %) y alta claridad (98,6 %), así como una buena resistencia mecánica. Cuando se observa en contraste con el ejemplo comparativo 4, las capas exteriores finas del ejemplo 1 ayudan a impartir una transparencia de película mejorada a la película multicapa.

El ejemplo 2, que es similar al ejemplo 1, con la excepción de un índice de fusión LDPE inferior ($I_2 = 0,25$) en las capas subexteriores, también mostró una excelente óptica según lo indicado por una baja turbidez (8,9 %) y una alta claridad (96,6 %), así como una buena resistencia mecánica. Una resina de LDPE con mayor índice de fusión junto con una capa exterior fina ayuda a impartir una transparencia de película mejorada a la película multicapa.

REIVINDICACIONES

1. Una película multicapa que comprende al menos 5 capas, comprendiendo las al menos 5 capas una capa central, al menos dos capas exteriores, y al menos dos capas subexteriores dispuestas entre la capa central y las dos capas exteriores, donde:
 - la capa central comprende al menos el 60 % en peso de polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) que tiene una densidad de 0,900 a 0,945 g/cc cuando se mide de acuerdo con ASTM D792 y un índice de fusión (I_2) de 0,5 a 2,0 g/10 min cuando se mide de acuerdo con ASTM D1238 a 190 °C y 2,16 kg de carga;
 - las capas subexteriores comprenden al menos el 60 % en peso de polietileno de baja densidad (LDPE) que tiene una densidad de 0,912 a 0,935 g/cc cuando se mide según ASTM D792, un índice de fusión, I_2 , de 0,15 a 2,0 g/10 min cuando se mide según ASTM D1238 a 190 °C y 2,16 kg de carga;
 - las capas exteriores comprenden al menos el 80 % en peso de LLDPE que tiene una densidad de 0,900 a 0,945 g/cc cuando se mide de acuerdo con ASTM D792 y un índice de fusión, I_2 , de 0,5 a 2,0 g/10 min cuando se mide según ASTM D1238 a 190 °C y 2,16 kg de carga, donde el LLDPE de las capas exteriores comprende LLDPE C6, LLDPE C8 o combinaciones de los mismos, donde cada capa exterior tiene un espesor inferior al 25 % del espesor total de la película multicapa; y
 - la película multicapa comprende al menos el 0,1 % en peso de estabilizador ultravioleta (UV) en una capa exterior.
2. La película multicapa de la reivindicación 1 donde la capa central comprende al menos el 80 % en peso de LLDPE.
3. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, la capa central, las capas subexteriores y las capas exteriores están exentas de polímeros de acrilato.
4. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde la película multicapa está exenta de polímero a base de propileno.
5. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde el LLDPE de las capas exteriores o las capas centrales comprende una densidad de 0,915 a 0,925 g/cc cuando se mide de acuerdo con ASTM D792.
6. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde las capas subexteriores comprenden al menos el 80 % en peso de LDPE, teniendo el LDPE un índice de fusión, I_2 , de 0,15 a 1,0 g/10 min cuando se mide de acuerdo con ASTM D1238 a 190 °C y 2,16 kg de carga.
7. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde la película multicapa comprende del 15 al 50 % en peso de LDPE.
8. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde la película multicapa comprende del 50 al 85 % en peso de LLDPE.
9. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde el espesor global es de 50 a 150 μm .
10. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde la película multicapa muestra una turbidez inferior al 10 % a un espesor global de 80 μm , medido de acuerdo con ASTM D1003.
11. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde la película multicapa muestra una claridad superior al 95 % a un espesor global de 80 μm cuando se mide de acuerdo con un método de ensayo BYK utilizando un medidor BYK Gardner Haze-gard.
12. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde la película multicapa comprende acrilato de vinilo de etileno en cualquier capa, una capa adicional que comprende acrilato de vinilo de etileno, o ambas.
13. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende además polietileno de alta densidad (HDPE) que tiene una densidad de 0,945 a 0,965 g/cc cuando se mide de acuerdo con ASTM D792 y un índice de fusión (I_2) de 0,5 a 5,0 g/10 min cuando se mide de acuerdo con ASTM D1238 a 190 °C y 2,16 kg de carga.

14. La película multicapa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende además uno o más aditivos seleccionados del grupo que consiste en antioxidantes, absorbentes de UV, absorbentes de infrarrojos (IR), agentes antinebulización y agentes antigoteo.

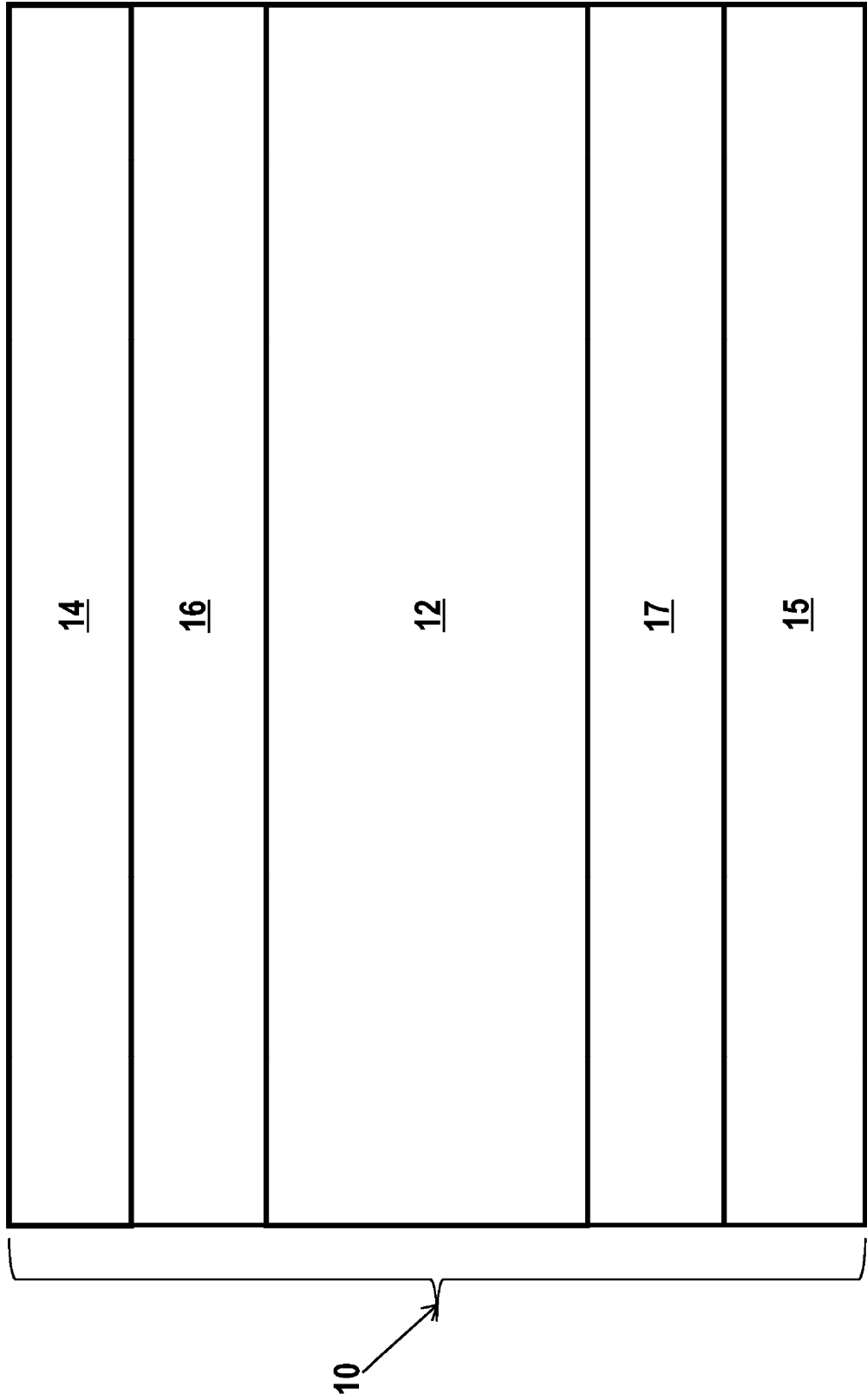


Fig. 1