

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 977 491**

51 Int. Cl.:

C08J 5/18 (2006.01)

C08L 23/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.10.2019 PCT/EP2019/079491**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.05.2020 WO20104145**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.10.2019 E 19797235 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.02.2024 EP 3883989**

54 Título: **Composición de polipropileno con propiedades ópticas y resistencia al blanqueamiento mejoradas**

30 Prioridad:

23.11.2018 EP 18207994

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

26.08.2024

73 Titular/es:

**BOREALIS AG (100.0%)
Trabrennstrasse 6-8
1020 Vienna, AT**

72 Inventor/es:

**WANG, JINGBO;
GAHLEITNER, MARKUS;
BERNREITNER, KLAUS y
LESKINEN, PAULI**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 977 491 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

Composición de polipropileno con propiedades ópticas y resistencia al blanqueamiento mejoradas

5 La presente invención se refiere a composiciones de polipropileno que tienen un buen equilibrio entre propiedades de impacto y propiedades ópticas con buenas características de resistencia al blanqueamiento. Los polipropilenos se utilizan ampliamente en muchas áreas de aplicación, como moldeado, tubos, tuberías, tapas, etc. debido a su buena combinación de coste, rendimiento y procesabilidad. Al mismo tiempo, existe una búsqueda continua de polímeros a medida que cumplan los requisitos de estas aplicaciones. Las demandas pueden suponer un reto, ya que muchas propiedades de los polímeros están directa o indirectamente interrelacionadas, es decir, la mejora de una propiedad específica solo se puede llevar a cabo a expensas de otra propiedad.

10 Por ejemplo, las películas de polipropileno se utilizan con bastante frecuencia en la industria del envasado para artículos de consumo con buenas propiedades de "transparencia" del contenido de los productos envasados. También existe una tendencia creciente en la industria del envasado médico a utilizar este tipo de películas de polipropileno. En estas áreas técnicas siempre se requieren propiedades ópticas, especialmente una turbidez baja.

15 Hoy en día, debido a los estándares de vida más altos y requisitos más estrictos, propiedades específicas como una buena combinación de rigidez, dureza y transparencia, en el sentido de poca turbidez, adquieren cada vez más importancia.

20 Es además importante, que los polímeros proporcionen buenas propiedades ópticas en el sentido de baja turbidez y buena transparencia a pesar de haber sufrido deformación mecánica. Es decir, existe una gran necesidad de que el polipropileno tenga una baja tendencia al blanqueamiento bajo tensión. Tales marcas de blanqueamiento por estrés alteran fuertemente el rendimiento óptico y la impresión de los artículos finales moldeados por inyección y, por lo tanto, deben evitarse.

25 Se sabe que el blanqueamiento por estrés puede compensarse añadiendo un componente de polietileno de alta densidad (HDPE) al sistema de polipropileno. Sin embargo, también se sabe que tales enfoques reducen la transparencia o aumentan la turbidez, respectivamente.

30 El documento EP 2586824 describe una composición polimérica que comprende (A) un copolímero de polipropileno que tiene menos de 4,0 % en peso de comonomero que es α -olefinas C5 a C12, y (B) un copolímero de propileno que tiene un contenido de comonomero de 4,0 a 20,0 % en peso, siendo los comonomeros α -olefinas C5 a C12, y (C) un polímero poco cristalino que tiene una temperatura de fusión inferior a 120 °C, en donde además (i) la relación en peso entre el polipropileno (A) y el copolímero de propileno (B) está en el intervalo de 20/80 a 80/20, y (ii) preferentemente el compuesto polimérico comprende de 5 a 50 % en peso basado en la cantidad total de compuesto polimérico de polímero poco cristalino (C). El inconveniente del caucho rico en C3 como modificador es que el comportamiento óptico solo puede lograrse a expensas de la resistencia al impacto a baja temperatura.

35 El documento EP 1828304 reivindica una composición de PP que comprende (a) 50-77 % en peso de un polímero de propileno cristalino que tiene una cantidad de pentadas isotácticas (mmmm), medido por RMN de ¹³C en la fracción XCl, superior al 97,5 % en moles y un índice de polidispersidad que varía de 4 a 10; (b) 13-28 % en peso de un copolímero elastomérico de etileno y propileno que tiene un contenido de C2 de 30 a 70 % en peso y que presenta una fracción XCl de menos de 45 % en peso, teniendo la fracción XCS un valor de viscosidad intrínseca que varía de 2 a 4 dl/g; y (c) 10-22 % en peso de homopolímero de PE o copolímero de etileno-propileno que tiene un contenido de comonomero inferior al 10 % en peso y un valor de viscosidad intrínseca que varía de 1 a 3 dl/g; estando en dicha composición el componente (b) más el componente (c) en una cantidad de al menos 25 % en peso. En esta patente, el HDPE se utiliza como modificador para reducir el blanqueamiento por estrés en un material de polipropileno HECO, dando lugar a las desventajas antes mencionadas.

40 El documento EP 1702956 reivindica composiciones de poliolefina con buena resistencia al impacto y transparencia que comprenden (a) 85 - 98 % en peso basado en el peso total de la composición de un copolímero heterofásico de propileno/ α -olefina que comprende un polímero o copolímero de propileno y una α -olefina con 0-15 % en moles de la α -olefina como polímero matriz y un copolímero de caucho de propileno/ α -olefina que comprende 20-80 % en moles de la α -olefina y (b) 15-2 % en peso basado en el peso total de la composición de un homopolímero de etileno, teniendo el homopolímero de etileno una densidad inferior a 0,920 g/cm³ de acuerdo con la norma ISO1183. En esta patente, el LDPE se utiliza como modificador para reducir el blanqueamiento por estrés en el polipropileno, limitando así la rigidez de la composición resultante.

45 El documento EP 3 064 548 divulga una composición de polipropileno que es una mezcla binaria que comprende 2 fracciones de polímero de polipropileno P1 y P2 en cantidades específicas: de 35 a 60 % en peso de (P1) que es un copolímero de propileno que comprende unidades de comonomero derivadas de hexeno en una cantidad de 0,5 a 2,5 % en peso, y de 65 a 40 % en peso de (P2) que es un terpolímero de propileno que comprende unidades de comonomero derivadas de hexeno en una cantidad de 4,0 a 10,0 % en peso y unidades de comonomero derivadas de etileno en una cantidad de 0,1 a 1,0 % en peso, de modo que la composición se caracteriza por (i) una relación

entre el contenido de hexeno de la fracción de polímero P2 y la fracción de polímero P1 entre 2,5 y 8,0, (ii) una relación entre la cantidad total de hexano de la composición y la cantidad de hexeno de la fracción de polímero P1 entre 1,5 y 4,0, (iii) un índice de fluidez MFR_2 (230 °C) en el intervalo de 2,0 a 15,0 g/10 min, (iv) una temperatura de fusión T_m de 128 °C a 145 °C, (v) una temperatura de cristalización T_c de 82 °C a 110 °C, (vi) un contenido de solubles en hexano como máximo de 1,0 % en peso, y (vii) una cantidad de solubles en xileno en frío (XCS) en el intervalo de 10 a 40 % en peso.

El documento EP 0 170 255 divulga composiciones de polipropileno que comprenden: A) 60-90 partes en peso de polipropileno con un índice de isotacticidad > 90; B) 10-40 partes en peso de una mezcla polimérica de etileno/buteno-1 que contiene 50-95 % en peso de etileno que consiste en: 20-95 % partes en peso de una fracción cristalina (I) con cristalinidad del tipo polietileno, insoluble en xileno a temperatura ambiente; y 5-80 % partes en peso de una fracción copolimérica amorfa de etileno/buteno-1 (II), soluble en xileno a 23 °C, que contiene 40-70 % en peso de etileno; en donde la relación en peso entre el etileno polimerizado total y la fracción amorfa (II) varía de 0,6 a 8. En consecuencia, un objeto de la invención es proporcionar composiciones de propileno para aplicaciones de envasado con resistencia al impacto mejorada a temperaturas ambiente y bajas, y buenas propiedades ópticas, especialmente una baja tendencia al blanqueamiento por estrés después de la deformación.

La presente invención se basa en el descubrimiento de que el objetivo anterior puede lograrse introduciendo un copolímero de polipropileno específico como modificador en un homopolímero de polipropileno. Sorprendentemente se ha descubierto que tal composición polimérica proporciona tanto un buen comportamiento al impacto como buenas propiedades ópticas, especialmente buena resistencia al blanqueamiento por estrés, sin mucho efecto negativo sobre la rigidez del material.

En consecuencia, la presente invención se refiere a una composición de polipropileno que comprende

- a) un homopolímero de propileno (H-PP) y
- b) un copolímero de propileno (C-PP) de propileno y 1-hexeno,

en donde

- i. el copolímero de propileno (C-PP) tiene un contenido total de 1-hexeno en el intervalo de 3,8 a 10,0 % en peso,
- ii. el copolímero de propileno (C-PP) tiene un contenido de solubles en xileno (XCS) en el intervalo de 8,0 a 30,0 % en peso, y
- iii. la relación en peso [(C-PP)/(H-PP)] entre el copolímero de propileno (C-PP) y el homopolímero de propileno (H-PP) está en el intervalo de 10/90 a 45/55.

En realizaciones adicionales, la invención también se refiere a artículos que comprenden dicha composición polimérica, preferentemente a películas y/o artículos moldeados por inyección que comprenden dicha composición.

40 Descripción detallada de la invención

En lo sucesivo se definen con más detalle los componentes individuales.

Preferentemente, la composición de polipropileno comprende el homopolímero de propileno (H-PP) y el copolímero de propileno (C-PP) como los únicos componentes poliméricos. Además, se aprecia que el copolímero de propileno (C-PP) comprende la fracción de copolímero de propileno (A) y la fracción de copolímero de propileno (B) como los únicos componentes poliméricos.

Como se indicó anteriormente, se prefiere que el homopolímero de propileno (H-PP) y el copolímero de propileno (C-PP) sean los únicos componentes poliméricos de la composición de polipropileno. Por consiguiente, la cantidad de homopolímero de propileno (H-PP) y copolímero de propileno (C-PP) juntos dentro de la composición de polipropileno es al menos 80 % en peso, más preferentemente de al menos el 90 % en peso, aún más preferentemente, al menos el 95 % en peso, como al menos el 98 % en peso. El resto son aditivos típicos, como antioxidantes, agentes de nucleación, agentes antideslizantes y/o agentes antiestáticos.

Además, es esencial que el homopolímero de propileno (H-PP) y el copolímero de propileno (C-PP) estén presentes en la composición de polipropileno de la presente invención en una proporción en peso específica. Por consiguiente, la relación en peso [(C-PP)/(H-PP)] entre el copolímero de propileno (C-PP) y el homopolímero de propileno (H-PP) está en el intervalo de 10/90 a 45/55, preferentemente en el intervalo de 10/90 a 40/60, más preferentemente en el intervalo de 10/90 a 35/65.

Adicionalmente, se prefiere que la composición de polipropileno de la presente invención tenga un índice de fluidez (MFR) dado en un intervalo específico. El índice de fluidez medido bajo una carga de 2,16 kg a 230 °C (ISO 1133) se indica como MFR_2 (230 °C). En consecuencia, se prefiere que en la presente invención la composición de polipropileno tenga un índice de fluidez MFR_2 (230 °C) medido de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 1,5 a 100,0 g/10 min, más preferentemente en el intervalo de 2,0 a 80,0 g/10 min, incluso más preferentemente en el intervalo de

ES 2 977 491 T3

3,0 a 60,0 g/10 min.

Adicionalmente, el copolímero de propileno puede definirse por el contenido de solubles en xileno frío (XCS) medido de acuerdo con la norma ISO 6427. Por consiguiente, la composición de polipropileno se caracteriza preferentemente por un contenido de solubles en xileno frío (XCS) en el intervalo de 0,5 a 12,0 % en peso, más preferentemente en el intervalo de 1,0 a 11,0 % en peso, aún más preferentemente en el intervalo de 1,5 a 10,0 % en peso.

Como se indicó anteriormente, la composición de polipropileno comprende como componentes poliméricos principales el homopolímero de propileno (H-PP) y el copolímero de propileno (C-PP). A continuación, la composición de polipropileno se define adicionalmente por sus componentes individuales, es decir, por el homopolímero de propileno (H-PP) y por el copolímero de propileno (C-PP).

La expresión homopolímero de propileno usada en la presente invención se refiere a un polipropileno que consiste, sustancialmente en, es decir, más del 99,0 % en peso, preferentemente más del 99,5 % en peso, más preferentemente más del 99,7 % en peso, incluso más preferentemente al menos el 99,8 % en peso, de unidades de propileno. En una realización preferida, únicamente son detectables las unidades de propileno en el homopolímero de propileno. El contenido de comonómero se puede determinar con espectroscopía de RMN de ^{13}C , como se describe a continuación en los ejemplos.

El homopolímero de propileno (H-PP) tiene preferentemente un índice de fluidez MFR_2 (230 °C) medido de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 1,5 a 100,0 g/10 min, más preferentemente en el intervalo de 2,0 a 80,0 g/10 min, incluso más preferentemente en el intervalo de 2,5 a 60,0 g/10 min.

El homopolímero de propileno (H-PP) de la presente invención se puede obtener mediante un proceso en donde se ha utilizado un catalizador de sitio único o un catalizador de Ziegler-Natta. Normalmente, los polipropilenos obtenidos mediante estos dos tipos de catalizadores difieren en sus regiodefectos <2,1>. En consecuencia, se valora que el homopolímero de propileno tenga

(a) regiodefectos <2,1> determinados por espectroscopia de C^{13} igual o superior al 0,4 % en moles, más preferentemente igual o superior al 0,6 % en moles, como en el intervalo del 0,7 al 0,9 % en moles,

(b) regiodefectos <2,1> determinados por espectroscopia de C^{13} inferior al 0,4 % en moles, más preferentemente igual o inferior al 0,2 % en moles, como igual o inferior al 0,1 % en moles.

Adicionalmente, se aprecia que el contenido de solubles en xileno (XCS) del homopolímero de propileno (H-PP) es bastante bajo. Por tanto, se prefiere que el contenido de solubles en xileno (XCS) de acuerdo con la norma ISO 6427 del homopolímero de propileno (H-PP) esté en el intervalo de 0,1 a 3,0 % en peso, más preferentemente en el intervalo de 0,1 a menos del 2,0 % en peso. En caso de que el homopolímero de propileno (H-PP) tenga regiodefectos <2,1> igual o superior al 0,4 % en moles, el contenido de solubles en xileno (XCS) de acuerdo con la norma ISO 6427 está en el intervalo de 0,1 a menos del 1,5 % en peso, como en el intervalo de 0,1 a 1,2 % en peso.

El copolímero de propileno (C-PP) de acuerdo con esta invención se caracteriza por un contenido de comonómero relativamente alto, es decir, contenido de 1-hexeno. Por consiguiente, el copolímero (C-PP) de acuerdo con esta invención tendrá un contenido de 1-hexeno en el intervalo de 3,8 a 10,0 % en peso, más preferentemente en el intervalo de 4,0 a 8,0 % en peso, incluso más preferentemente en el intervalo de 4,5 a 7,5 % en peso, como en el intervalo de 4,7 a 5,5 % en peso.

En una realización específicamente preferida de la presente invención, el contenido de comonómero bastante alto se logra debido al hecho de que el copolímero (C-PP) inventivo comprende dos fracciones de copolímero de propileno como se define en el presente documento. Un "comonómero" de acuerdo con esta invención es una unidad polimerizable diferente del propileno. En consecuencia, se prefiere que el copolímero de propileno (C-PP) comprenda

b-1) un primer copolímero aleatorio de propileno (A) de propileno y 1-hexeno que tiene un contenido de 1-hexeno en el intervalo de 0,1 a menos de 3,5 % en peso, y

b-2) un segundo copolímero aleatorio de propileno (B) de propileno y 1-hexeno que tiene un contenido de 1-hexeno superior al del primer copolímero aleatorio de propileno (A).

De acuerdo con una realización adicional de la presente invención, el copolímero (C-PP) cumple la inecuación (2)

$$4,5 \leq \text{CS}(\text{C}) / (\text{C6}(\text{A}) * [\text{A}] / [\text{C}]) \leq 9,0 \quad (2)$$

en donde

C6(A) es el contenido de 1-hexeno del primer copolímero aleatorio de propileno (A) basado en el peso total del

primer copolímero aleatorio de propileno (A) [en % en peso];
 C6(C) es el contenido de 1-hexeno del copolímero (C-PP) basado en el peso total del copolímero (C-PP) [en % en peso]; y
 [A]/[C] es la relación en peso entre el primer copolímero aleatorio de propileno (A) y el copolímero (C-PP) [en g/g].

El copolímero (C-PP) comprende un primer copolímero aleatorio de propileno (A) y un segundo copolímero aleatorio de propileno (B). La expresión "copolímero aleatorio" debe entenderse preferentemente de acuerdo con IUPAC (Pure Appl. Chem., Vol. n.º 68, 8, págs. 1591 a 1595, 1996). Preferentemente la concentración molar de díadas de comonomero, como díadas de 1-hexeno, obedece la relación

$$[HH] < [H]^2$$

en donde

[HH] es la fracción molar de unidades de comonomero adyacentes, como de unidades adyacentes de 1-hexeno, y [H] es la fracción molar del total de unidades de comonomero, como del total de unidades de 1-hexeno, en el polímero.

Además, se prefiere que el copolímero (C-PP) de la presente invención tenga un índice de fluidez (MFR) dado en un intervalo específico. En consecuencia, se prefiere que en la presente invención, el copolímero (C-PP) tenga un índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 0,4 a 100,0 g/10 min, más preferentemente en el intervalo de 0,6 a 50,0 g/10 min, incluso más preferentemente en el intervalo de 0,8 a menos de 12,0 g/10 min, aún más preferentemente en el intervalo de 1,0 a menos de 9,0 g/10 min, como en el intervalo de 1,0 a 2,0 g/10 min.

Adicionalmente, el copolímero (C-PP) se puede definir por el contenido de solubles en xileno frío (XCS) medido de acuerdo con la norma ISO 16152 (25 °C). Por consiguiente, el copolímero (C-PP) se caracteriza preferentemente por un contenido de solubles en xileno frío (XCS) en el intervalo de 8,0 a 30,0 % en peso, más preferentemente en el intervalo de 9,0 a 28,0 % en peso, incluso más preferentemente en el intervalo de 10,0 a 27,0 % en peso.

La cantidad de solubles en xileno frío (XCS) indica adicionalmente que el copolímero (C-PP) está preferentemente libre de cualquier componente de polímero elastomérico, como un caucho de etileno propileno. En otras palabras, el copolímero (C-PP) no será un polipropileno heterofásico, es decir, un sistema que consista en una matriz de polipropileno en donde se dispersa una fase elastomérica. Tales sistemas se caracterizan por un contenido de solubles en xileno frío bastante alto. Por consiguiente, en una realización preferida, el copolímero (C-PP) comprende el primer copolímero aleatorio de propileno (A) y el segundo copolímero aleatorio de propileno (B) como únicos componentes poliméricos.

Al igual que los solubles en xileno frío (XCS), los solubles en hexano caliente (HHS) indican la parte de un polímero que tiene una isotacticidad y cristalinidad bajas y que es soluble en hexano a 50 °C.

Por consiguiente, se prefiere que el copolímero inventivo (C-PP) tenga una cantidad de solubles en hexano caliente (C6 FDA) medida de acuerdo con FDA 177.1520 igual o inferior al 1,5 % en peso, más preferentemente igual o inferior al 1,2 % en peso, incluso más preferentemente igual o inferior al 1,0 % en peso, como igual o inferior al 0,7 % en peso.

El copolímero (C-PP) de la presente invención se define además por sus fracciones de polímero presentes. Por consiguiente, el copolímero (C-PP) de la presente invención comprende al menos, preferentemente consiste en, dos fracciones, concretamente el primer copolímero aleatorio de propileno (A) y el segundo copolímero aleatorio de propileno (B).

El primer copolímero aleatorio de propileno (A) es un copolímero de propileno y 1-hexeno que tiene un contenido de 1-hexeno en el intervalo de 0,1 a menos del 3,5 % en peso, preferentemente en el intervalo del 0,5 a menos del 3,5 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 0,8 al 3,0 % en peso, incluso más preferentemente en el intervalo de 1,0 a 2,5 % en peso, y el segundo copolímero aleatorio de propileno (B) es un copolímero de propileno y 1-hexeno que tiene un contenido de 1-hexeno en el intervalo de 4,0 a 15,0 % en peso, preferentemente en el intervalo del 5,0 al 13,0 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 6,0 al 12,0 % en peso, incluso más preferentemente en el intervalo del 6,5 al 10,0 % en peso.

En consecuencia, el primer copolímero aleatorio de propileno (A) es la fracción pobre en 1-hexeno, mientras que el segundo copolímero aleatorio de propileno (B) es la fracción rica en 1-hexeno.

Con respecto al índice de fluidez MFR₂, el copolímero (C-PP) cumple la inecuación (1), más preferentemente la inecuación (1a), incluso más preferentemente la inecuación (1b),

$$MFR(C-PP)/MFR(A) \leq 1,0 \quad (1),$$

ES 2 977 491 T3

$$0,5 \leq \text{MFR}(\text{C-PP})/\text{MFR}(\text{A}) \leq 1,0 \quad (1a),$$

$$0,6 \leq \text{MFR}(\text{C-PP})/\text{MFR}(\text{A}) \leq 0,9 \quad (1b),$$

5 en donde MFR(A) es el índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en [g/10 min] del primer copolímero aleatorio de propileno (A) y MFR(C-PP) es el índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en [g/10 min] del copolímero (C-PP).

10 Adicionalmente, se valora que el primer copolímero aleatorio de propileno (A) tenga un índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 0,3 a 12,0 g/10 min, más preferentemente en el intervalo de 0,5 a 9,0 g/10 min, incluso más preferentemente en el intervalo de 0,8 a 3,0 g/10 min, como en el intervalo de 1,0 a 2,5 g/10 min.

15 El segundo copolímero de propileno (B) tiene preferentemente un índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 0,2 a 9,0 g/10 min, más preferentemente en el intervalo de 0,4 a 8,0 g/10 min, incluso más preferentemente en el intervalo de 0,6 a 2,0 g/10 min, como en el intervalo de 0,9 a 1,5 g/10 min.

20 Preferentemente, la relación en peso entre el primer copolímero aleatorio de propileno (A) y el segundo copolímero aleatorio de propileno (B) dentro del copolímero (C-PP) está en el intervalo de 30:70 a 70:30, más preferentemente en el intervalo de 35:65 a 65:35, incluso más preferentemente en el intervalo de 40:60 a 60:40.

25 En particular, se prefiere que el copolímero (C-PP) comprenda del 30,0 al 70,0 % en peso, más preferentemente del 35,0 al 65,0 % en peso, incluso más preferentemente del 40,0 al 60,0 % en peso del primer copolímero aleatorio de propileno (A) y del 30,0 al 70,0 % en peso, más preferentemente del 35,0 al 65,0 % en peso, incluso más preferentemente del 40,0 al 60,0 % en peso del segundo copolímero aleatorio de propileno (B), basado en el peso total del copolímero (C-PP).

30 Adicionalmente, se prefiere que el copolímero (C-PP) tenga una cantidad de regiodefectos 2,1 eritro en el intervalo de 0,1 a 2,0 % en moles, preferentemente, en el intervalo de 0,1 a 1,0 % en moles, más preferentemente en el intervalo de 0,1 a 0,5 % en moles, aún más preferentemente en el intervalo de 0,1 a 0,4 % en moles.

35 El copolímero (C-PP) se puede obtener en particular, preferentemente se obtiene, mediante un proceso como se define en detalle posteriormente.

El proceso para la preparación de un copolímero (C-PP) que forma la composición de polipropileno (P) como se ha definido anteriormente es un proceso de polimerización secuencial que comprende al menos dos reactores conectados en serie, en donde dicho proceso comprende las etapas de

40 (A) polimerizar en un primer reactor (R-1) que es un reactor en suspensión (SR), preferentemente en un reactor de bucle (LR), propileno y 1-hexeno, obtener un primer copolímero aleatorio de propileno (A) como se define en la presente invención,

45 (B) transferir dicho primer copolímero aleatorio de propileno (A) y los comonómeros sin reaccionar del primer reactor (R-1) a un segundo reactor (R-2) que es un reactor en fase gaseosa (GPR-1),

(C) alimentar a dicho segundo reactor (R-2) propileno y 1-hexeno,

50 (D) polimerizar en dicho segundo reactor (R-2) y en presencia de dicho primer copolímero aleatorio de propileno (A) propileno y 1-hexeno, obtener un segundo copolímero aleatorio de propileno (B) como se define en la presente invención, dicho primer copolímero aleatorio de propileno (A) y dicho segundo copolímero aleatorio de propileno (B) forman el copolímero (C-PP) tal como se define en la presente invención, en donde además

55 en el primer reactor (R-1) y el segundo reactor (R-2) la polimerización tiene lugar en presencia de un sistema catalizador sólido (SCS), dicho sistema catalizador sólido (SCS) comprende

(i) un compuesto de metal de transición de fórmula (I)



60 en donde

"M" es circonio (Zr) o hafnio (Hf),

65 cada "X" es independientemente un ligando D aniónico monovalente,

cada "Cp" es un ligando orgánico de tipo ciclopentadienilo seleccionado independientemente del grupo que consiste en ciclopentadienilo no sustituido o sustituido y/o condensado, indenilo sustituido o sin sustituir o fluorenilo sustituido o sin sustituir, dichos ligandos orgánicos se coordinan con el metal de transición (M),

5 "R" es un grupo puente bivalente que une dichos ligandos orgánicos (Cp),

"n" es 1 o 2, preferentemente 1 y

10 (ii) opcionalmente un cocatalizador (Co) que comprende un elemento (E) del grupo 13 de la tabla periódica (IUPAC), preferentemente un cocatalizador (Co) que comprende un compuesto de Al y/o B.

En cuanto a la definición del copolímero (C), el primer copolímero aleatorio de propileno (A) y el segundo copolímero aleatorio de propileno (B) se refieren a las definiciones dadas anteriormente.

15 El sistema catalizador sólido (SCS) se define con más detalle a continuación.

Debido al uso del sistema catalizador sólido (SCS) en un proceso de polimerización secuencial, es posible la fabricación del copolímero (C-PP) definido anteriormente. En particular debido a la preparación de un copolímero de propileno, es decir, el primer copolímero aleatorio de propileno (A), en el primer reactor (R-1) y el transporte de dicho copolímero de propileno (A) y especialmente el transporte de comonómeros sin reaccionar al segundo reactor (R-2), es posible producir un copolímero (C-PP) con alto contenido de comonómero en un proceso de polimerización secuencial. Normalmente, la preparación de un copolímero de propileno con un alto contenido de comonómero en un proceso de polimerización secuencial conduce a incrustaciones o, en casos graves, al bloqueo de las líneas de transferencia, ya que los comonómeros normalmente sin reaccionar se condensan en las líneas de transferencia. Sin embargo, con el nuevo método se aumenta la conversión de los comonómeros y con ello se consigue una mejor incorporación en la cadena polimérica que conduce a un mayor contenido de comonómero y a una reducción de los problemas de pegajosidad.

La expresión "proceso de polimerización secuencial" indica que el copolímero (C-PP) se produce en al menos dos reactores conectados en serie. Más precisamente, la expresión "proceso de polimerización secuencial" indica en la presente solicitud que el polímero del primer reactor (R-1) se transporta directamente con los comonómeros sin reaccionar al segundo reactor (R-2). Por consiguiente, el aspecto decisivo del presente proceso es la preparación del copolímero (C-PP) en dos reactores diferentes, en donde el material de reacción del primer reactor (R-1) se transporta directamente al segundo reactor (R-2). Por lo tanto, el presente proceso comprende al menos un primer reactor (R-1) y un segundo reactor (R-2). En una realización específica, el presente proceso consiste en dos reactores de polimerización (R-1) y (R-2). La expresión "reactor de polimerización" indicará que ahí tiene lugar la polimerización principal. Por lo tanto, en el caso de que el proceso consista en dos reactores de polimerización, esta definición no excluye la opción de que el proceso global comprenda, por ejemplo una etapa de polimerización previa en un reactor de prepolimerización. La expresión "consiste en" es solo una formulación cerrada a la vista de los reactores de polimerización principales.

El primer reactor de polimerización (R-1) es un reactor en suspensión (SR), y puede ser cualquier reactor de tanque agitado discontinuo simple o continuo, o reactor de bucle que funcione en suspensión. De acuerdo con la presente invención, el reactor en suspensión (SR) es, preferentemente, un reactor de bucle (LR).

El segundo reactor (R-2) y cualquier reactor posterior son reactores de fase gaseosa (GPR). Dichos reactores de fase gaseosa (GPR) pueden ser reactores de mezcla mecánica o reactores de lecho fluidizado. Preferentemente, el o los reactores de fase gaseosa (GPR) comprenden un reactor de lecho fluidizado agitado mecánicamente con velocidades del gas de al menos 0,2 m/s. Por tanto, se valora que el reactor de fase gaseosa (GPR) sea un reactor de tipo lecho fluido, preferentemente, con un agitador mecánico.

La condición (temperatura, presión, tiempo de reacción, alimentación de monómero) en cada reactor depende del producto deseado que es del conocimiento de un experto en la materia. Como ya se ha indicado anteriormente, el primer reactor (R-1) es un reactor en suspensión (SR), como un reactor de bucle (LR), mientras que el segundo reactor (R-2) es un reactor de fase gaseosa (GPR-1). Los reactores posteriores, si están presentes, también son reactores de fase gaseosa (GPR).

Un proceso de múltiples fases preferido es un proceso de "bucle-fase gaseosa", tal como el desarrollado por Borealis A/S, Dinamarca (conocido como tecnología BORSTAR®) descrito por ejemplo, en la bibliografía de patente, tal como en los documentos EP A 0 887 379 o WO 92/12182.

Los polímeros multimodales se pueden producir de acuerdo con varios procesos que se describen, por ejemplo en los documentos WO 92/12182, EP 0 887 379, y WO 98/58976.

65 Preferentemente, en el presente proceso para producir el copolímero (C-PP) como se ha definido anteriormente, las condiciones para el primer reactor (R-1) es decir, el reactor en suspensión (SR), como un reactor de bucle (LR), de la

etapa (A) pueden ser las siguientes:

- la temperatura está en el intervalo de 40 °C a 110 °C, preferentemente entre 60 °C y 100 °C, más preferentemente en el intervalo de 65 a 90 °C,
- la presión está en el intervalo de 2 MPa (20 bar) a 8 MPa (80 bar), preferentemente entre 4 MPa (40 bar) y 7 MPa (70 bar),
- se puede añadir hidrógeno para controlar la masa molar de una manera conocida *per se*.

Posteriormente, la mezcla de reacción de la etapa (A) se transfiere al segundo reactor (R-2), es decir, un reactor en fase gaseosa (GPR-1), es decir, a la etapa (D), de modo que las condiciones en la etapa (D) son preferentemente las siguientes:

- la temperatura está en el intervalo de 50 °C a 130 °C, preferentemente entre 60 °C y 100 °C,
- la presión está en el intervalo de 0,5 MPa (5 bar) a 5 MPa (50 bar), preferentemente entre 1,5 MPa (15 bar) y 4 MPa (40 bar),
- se puede añadir hidrógeno para controlar la masa molar de una manera conocida *per se*.

El tiempo de residencia puede variar en ambas zonas de reactor.

En una realización del proceso para producir el copolímero (C-PP), el tiempo de residencia en el reactor en suspensión (SR), p. ej., (LR) está en el intervalo de 0,2 a 4,0 horas, p. ej., de 0,3 a 1,5 horas, y el tiempo de residencia en el reactor de fase gaseosa (GPR) será generalmente de 0,2 a 6,0 horas, como de 0,5 a 4,0 horas.

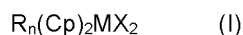
Si se desea, la polimerización puede efectuarse de una manera conocida en condiciones supercríticas en el primer reactor (R-1), es decir, en el reactor en suspensión (SR), preferentemente en el reactor de bucle (LR).

Las condiciones en los otros reactores de fase gaseosa (GPR), si están presentes, son similares a las del segundo reactor (R-2).

El presente proceso también puede abarcar una prepolimerización antes de la polimerización en el primer reactor (R-1). La prepolimerización se puede realizar en el primer reactor (R-1), sin embargo se prefiere que la prepolimerización tenga lugar en un reactor separado, denominado reactor de prepolimerización.

El copolímero (C) de acuerdo con la presente invención se prepara en presencia de un sistema catalítico sólido (SCS) que comprende un compuesto de metal de transición.

En una realización preferida, el compuesto de metal de transición tiene la fórmula (I)



en donde

cada Cp independientemente es un ligando de ciclopentadienilo sustituido o sin sustituir y/o condensado, por ejemplo, un ciclopentadienilo sustituido o sin sustituir, indenilo sustituido o sin sustituir o ligando fluorenilo sustituido o sin sustituir; estando el uno o más sustituyente o sustituyentes seleccionados preferentemente de halógeno, hidrocarbilo (p. ej., alquilo C1-C20, alqueno C2-C20, alquino C2-C20, cicloalquilo C3-C12, arilo C6-C20 o arilalquilo C7-C20), cicloalquilo C3-C12 que contiene 1, 2, 3 o 4 heteroátomo(s) en el resto de anillo, heteroarilo C6-C20, haloalquilo C1-C20, -SiR³, -OSiR³, -SRⁿ, -PR², ORⁿ o -NR²,

cada Rⁿ es independientemente un hidrógeno o hidrocarbilo, p. ej., alquilo C1-C20, alqueno C2-C20, alquino C2-C20, cicloalquilo C3-C12 o arilo C6-C20; o, p. ej., en el caso de -NR², dos sustituyentes Rⁿ pueden formar un anillo, p. ej., un anillo de cinco o seis miembros, junto con el átomo de nitrógeno al que están unidos;

R es un puente de 1-3 átomos, p. ej., un puente de 1-2 átomos de C y 0-2 heteroátomos, en donde el heteroátomo(s) puede ser por ejemplo átomo(s) de Si, Ge y/u O, en donde cada uno de los átomos del puente puede llevar independientemente sustituyentes, tales como sustituyentes alquilo C1-C20, tri(alquilo C1-C20)sililo, tri(alquilo C1-C20)siloxi o arilo C6-C20); o un puente de 1-3, p. ej., uno o dos, heteroátomos, tales como átomo(s) de silicio, germanio y/u oxígeno, p. ej., -SiR¹⁰, en donde cada R¹⁰ es independientemente alquilo C1-C20, cicloalquilo C3-12, residuo arilo C6-C20 o tri(alquilo C1-C20)sililo, tal como trimetilsililo;

M es un metal de transición del Grupo 4, p. ej., Zr o Hf, especialmente Zr;

cada X es independientemente un ligando sigma, tales como H, halógeno, alquilo C1-C20, alcoxi C1-C20, alqueno C2-C20, alquino C2-C20, cicloalquilo C3-C12, arilo C6-C20, ariloxi C6-C20, arilalquilo C7-C20, arilalqueno C7-C20, -SR", -PR"₃, -SiR"₃, -OSiR"₃, -NR"₂ o -CH₂-Y, en donde Y es arilo C6-C20, heteroarilo C6-C20, alcoxi C1-C20, ariloxi C6-C20, NR"₂, -SR", -PR"₃, -SiR"₃ o -OSiR"₃;

5 cada uno de los restos de anillo anteriormente mencionados solos o como parte de otro resto como sustituyente para Cp, X, R" o R puede además estar sustituido p. ej., con un alquilo C1-C20 que puede contener átomos de Si y/u O;

10 n es 1 o 2.

Convenientemente, siendo en cada X -CH₂-Y, cada Y se selecciona independientemente de arilo C6-C20, NR"₂, SiR"₃ o -OSiR"₃. Lo más preferentemente, siendo X -CH₂-Y es bencilo. Cada X distinto de -CH₂-Y es independientemente halógeno, alquilo C1-C20, alcoxi C1-C20, arilo C6-C20, arilalqueno C7-C20 o -NR"₂ como se ha definido anteriormente, p. ej., -N(alquilo C1-C20)₂.

Preferentemente, cada X es halógeno, metilo, fenilo o -CH₂-Y, y cada Y es independientemente como se ha definido anteriormente.

20 Cp es preferentemente ciclopentadienilo, indenilo o fluorenilo, opcionalmente sustituido como se ha definido anteriormente. Idealmente, Cp es ciclopentadienilo o indenilo.

En un subgrupo adecuado de los compuestos de fórmula (I), cada Cp lleva independientemente 1, 2, 3 ó 4 sustituyentes como se ha definido anteriormente, preferentemente 1, 2 o 3, como 1 o 2 sustituyentes, que se seleccionan preferentemente de alquilo C1-C20, arilo C6-C20, arilalquilo C7-C20 (en donde el anillo arilo solo o como parte de un resto adicional puede estar además sustituido como se ha indicado anteriormente), OR"₃, en donde R" es tal como se ha indicado anteriormente, preferentemente alquilo C1-C20.

30 R, es preferentemente un metileno, etileno o un puente de sililo, de modo que el sililo puede sustituirse como se ha definido anteriormente, p. ej., un (dimetil)Si=, (metilfenil)Si=, (metilciclohexil)silil= o (trimetilsililmetil)Si=; n es 0 o 1.

Un subgrupo específico incluye los bien conocidos metalocenos de Zr y Hf con dos ligandos eta⁵ que están formando un puente con ligandos de ciclopentadienilo opcionalmente sustituidos, p. ej., con alcoxi o alquilo (p. ej., alquilo C1-6) como se ha definido anteriormente, o con dos ligandos de indenilo que forman un puente opcionalmente sustituidos en cualquiera de los restos del anillo con, p. ej., alcoxi o alquilo como se ha definido anteriormente, p. ej., en las posiciones 2-, 3-, 4 y/o 7. Los puentes preferidos son etileno o -SiMe₂. La preparación de los metalocenos se puede llevar a cabo de acuerdo con o de forma análoga a los métodos conocidos en la bibliografía y está dentro de las habilidades de un experto en la materia. Por tanto, para la preparación, véanse, por ejemplo, los documentos EP-A-129 368, ejemplos de compuestos en donde el átomo de metal lleva un ligando -NR"₂, véanse, entre otros, los documentos WO-A-9856831 y WO-A-0034341. Para la preparación véase también p. ej., en los documentos EP-A-260 130, WO-A-9728170, WO-A-9846616, WO-A-9849208, WO-A-9912981, WO-A-9919335, WO-A-9856831, WO-A-00 34341, EP-A-423 101 y EP-A-537 130.

45 Los complejos de la invención son preferentemente asimétricos. Esto significa sencillamente que los dos ligandos indenilo que forman el metaloceno son diferentes, es decir, cada ligando indenilo porta un conjunto de sustituyentes que bien son químicamente diferentes, o bien están ubicados en posiciones diferentes con respecto al otro ligando de indenilo. De manera más precisa, son metalocenos bisindenilo quirales, racémicos con puente. Aunque los complejos de la invención, idealmente pueden estar en su configuración sin, están en su configuración anti. A los efectos de la presente invención, racémico-anti significa que los dos ligandos indenilo están orientados en direcciones opuestas con respecto al plano de ciclopentadienilo-metal-ciclopentadienilo, mientras que racémico-sin significa que los dos ligandos indenilo están orientados en la misma dirección con respecto al plano de ciclopentadienilo-metal-ciclopentadienilo.

50 Los complejos preferidos de la invención son de fórmula (II') o (II)

El complejo de metaloceno (procatalizador) más preferido es dicloruro de rac-anti-dimetilsilandiil(2-metil-4-fenil-5-metoxi-6-*terc*-butil-indenil)(2-metil-4-(4-*terc*-butilfenil)indenil)circonio.

Además del complejo de metaloceno (procatalizador), el catalizador de metaloceno comprende adicionalmente un cocatalizador como se define en el documento WO 2015/011135 A1. Por consiguiente, el cocatalizador preferido es metilaluminoxano (MAO) y/o un borato, preferentemente tetrakis(pentafluorofenil)borato de tritilo.

Se prefiere especialmente que el catalizador de metaloceno no esté soportado, es decir, que no se use ningún vehículo externo. Con respecto a la preparación de tal complejo de metaloceno nuevamente se hace referencia al documento WO 2015/011135 A1.

La presente invención se refiere además a un artículo que comprende al menos 90,0 % en peso de la composición de polipropileno como se ha definido anteriormente.

Preferentemente, el artículo comprende al menos 95,0 % en peso de la composición de polipropileno, más preferentemente, al menos 97,0 % en peso, incluso más preferentemente al menos 98,0 % en peso, como al menos 99,9 % en peso. Es especialmente preferido que el artículo consista en la composición reforzada con de polipropileno.

Se prefiere que el artículo sea una película. La película de acuerdo con esta invención se puede obtener de manera convencional, por ejemplo mediante tecnología de película fundida o tecnología de película soplada por extrusión. Dicha película tendrá normalmente un espesor en el intervalo de 15 a 300 μm , preferentemente en el intervalo de 20 a 250 μm , como en el intervalo de 30 a 200 μm .

Preferentemente, la película tiene una turbidez antes de la esterilización determinada de acuerdo con la norma ASTM D 1003-00 medida en una película fundida de 50 μm inferior al 10,0 %, más preferentemente inferior al 8,0 %, incluso más preferentemente inferior al 7,5 %, y una turbidez después de la esterilización determinada de acuerdo con la norma ASTM D 1003-00 medida en una película fundida de 50 μm inferior al 12,0 %, más preferentemente inferior al 10,0 %, incluso más preferentemente inferior al 9,0 %, como inferior al 8,5 %.

En otra realización preferida, la invención también se refiere a artículos moldeados, preferentemente artículos moldeados por inyección que comprenden al menos 90,0 % en peso de la presente composición polimérica diseñada para aplicaciones técnicas, como aplicaciones automotrices y productos de consumo

Ejemplos

1. Métodos de medición

Las siguientes definiciones de términos y métodos de determinación se aplican a la **Descripción de la invención** general anterior, así como a los ejemplos a continuación a menos que se defina de otro modo.

Quantificación de la microestructura mediante espectroscopia de RMN

Se utilizó espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN) cuantitativa para cuantificar la isotacticidad, la regio-regularidad y el contenido de comonomero de los polímeros.

Los espectros de RMN de $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ cuantitativa se registraron en el estado fundido usando un espectrómetro de RMN Bruker Avance III 500 que operaba a 500,13 y 125,76 MHz de ^1H y ^{13}C , respectivamente. Todos los espectros se registraron usando un cabezal de sonda de giro en ángulo mágico (MAS) de 7 mm optimizada para ^{13}C a 180 °C usando gas nitrógeno para todos los elementos neumáticos. Aproximadamente 200 mg de material se empaquetaron en un rotor MAS de circonia de 7 mm de diámetro externo y se giraron a 4 kHz. Esta configuración se eligió principalmente por la alta sensibilidad necesaria para una identificación rápida y una cuantificación precisa. (Klimke, K., Parkinson, M., Piel, C., Kaminsky, W., Spiess, H.W., Wilhelm, M., *Macromol. Chem. Phys.* 2006; 207:382., Parkinson, M., Klimke, K., Spiess, H.W., Wilhelm, M., *Macromol. Chem. Phys.* 2007; 208:2128., Castignolles, P., Graf, R., Parkinson, M., Wilhelm, M., Gaborieau, M., *Polymer* 50 (2009) 2373). Se usó excitación estándar de pulso único utilizando el NOE con cortos retrasos de reciclado de 3s (Klimke, K., Parkinson, M., Piel, C., Kaminsky, W., Spiess, H.W., Wilhelm, M., *Macromol. Chem. Phys.* 2006; 207:382., Pollard, M., Klimke, K., Graf, R., Spiess, H.W., Wilhelm, M., Sperber, O., Piel, C., Kaminsky, W., *Macromolecules* 2004;37:813.) y el esquema de desacoplamiento RS-HEPT (Filip, X., Tripon, C., Filip, C., *J. Mag. Resn.* 2005, 176, 239., Griffin, J.M., Tripon, C., Samoson, A., Filip, C., y Brown, S.P., *Mag. Res. in Chem.* 2007 45, S1, S198). Se adquirieron un total de 16.384 (16k) transitorios por espectro.

Se procesaron los espectros de RMN cuantitativa de $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$, se integraron y se determinaron las propiedades cuantitativas pertinentes a partir de las integrales. Todos los desplazamientos químicos se toman como referencia interna con respecto al elemento pentavalente isotáctico de metilo (*mmmm*) a 21,85 ppm.

Se observaron señales características que corresponden a regio-defectos (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., *Chem. Rev.* 2000, 100, 1253; Wang, W-J., Zhu, S., *Macromolecules* 33 (2000), 1157; Cheng, H. N.,

Macromolecules 17 (1984), 1950) o comonomero.

Se cuantificó la distribución de tacticidad a través de la integración de la región de metilo entre 23,6-19,7 ppm corrigiendo cualquier sitio no relacionado con las estereosecuencias de interés (Busico, V., Cipullo, R., *Prog. Polym. Sci.* 26 (2001) 443; Busico, V., Cipullo, R., Monaco, G., Vacatello, M., Segre, A.L., *Macromolecules* 30 (1997) 6251).

Específicamente, la influencia de los regio-defectos y el comonomero en la cuantificación de la distribución de la tacticidad se corrigió mediante la sustracción del regio-defecto representativo y las integrales de comonomero de las regiones integrales específicas de las estereosecuencias.

Se determinó la isotacticidad al nivel de quintuplete y se indicó como el porcentaje de secuencias de quintuplete isotáctico (mmmm) con respecto a todas las secuencias de quintuplete:

$$[\text{mmmm}] \% = 100 * (\text{mmmm} / \text{suma de todas las péntadas})$$

La presencia de regiodefectos 2,1 eritro se indicó mediante la presencia de los dos sitios de metilo a 17,7 y 17,2 ppm, y se confirmó mediante otros sitios característicos.

No se observaron las señales características que correspondían a otros tipos de regio-defectos (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., *Chem. Rev.* 2000, 100, 1253).

La presencia de regiodefectos 2,1 eritro se cuantificó usando la integral media de los dos sitios característicos de metilo a 17,7 y 17,2 ppm:

$$P_{21e} = (I_{e8} + I_{e8}) / 2$$

La cantidad de propeno con inserción primaria en 1,2 se cuantificó basándose en la región de metilo con la corrección realizada de los sitios incluidos en esta región no relacionados con la inserción primaria y de 10 sitios de inserción primaria excluidos de esta región:

$$P_{12} = I_{\text{CH}_3} + P_{12e}$$

Se cuantificó la cantidad total de propeno como la suma de propeno con inserción primaria y el resto de los regiodefectos presentes:

$$P_{\text{total}} = P_{12} + P_{21e}$$

Se cuantificó el porcentaje en moles de los regio-defectos 2,1 eritro con respecto a todo el propeno:

$$[2,1e] \% \text{ en moles} = 100 * (P_{21e} / P_{\text{total}})$$

Se observaron señales características de copolímero que correspondieron a la incorporación de etileno (Cheng, H. N., *Macromolecules* 17 (1984), 1950).

Con los regiodefectos también observados (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., *Chem.* 20 Rev. 2000, 100, 1253; Wang, W-J., Zhu, S., *Macromolecules* 33 (2000), 1157; Cheng, H. N., *Macromolecules* 17 (1984), 1950) también se precisó la corrección de la influencia de dichos defectos en el contenido de comonomero.

Se observaron señales características correspondientes a la incorporación de 1-hexeno y se cuantificó el contenido de comonomero de la siguiente manera.

La cantidad de 1-hexeno incorporado en secuencias aisladas PHP se cuantificó usando la integral de los sitios αB4 a 44,2 ppm, lo que representa el número de sitios indicadores por comonomero:

$$H = I_{\alpha\text{B4}} / 2$$

La cantidad de 1-hexeno incorporado en secuencias consecutivas dobles PHHP se cuantificó usando la integral del sitio $\alpha\alpha\text{B4}$ a 41,7 ppm, lo que representa el número de sitios indicadores por comonomero:

$$\text{HH} = 2 * I_{\alpha\alpha\text{B4}}$$

Cuando se observó una doble incorporación consecutiva, la cantidad de 1-hexeno incorporado en secuencias aisladas PHP tuvo que ser compensada debido a la superposición de las señales αB4 y αB4B4 a 44,4 ppm:

$$H = (I_{\alpha\text{B4}} - 2 * I_{\alpha\alpha\text{B4}}) / 2$$

ES 2 977 491 T3

El contenido total de 1-hexeno se calculó basándose en la suma de 1-hexeno aislado e incorporado de forma consecutiva:

$$H_{total} = H + HH$$

5 Cuando no se observaron sitios indicativos de incorporación consecutiva, el contenido total de comonomero de 1-hexeno se calculó únicamente sobre esta cantidad:

$$H_{total} = H$$

10 Se observaron señales características indicativas de defectos de regioisómeros 2,1-eritro (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., *Chem. Rev.* 2000, 100, 1253).

15 La presencia de regiodefectos 2,1-eritro se indicó mediante la presencia de los sitios de metilo Pa β (21e8) y Pa γ (21e6) a 17,7 y 17,2 ppm y se confirmó mediante otras señales características.

La cantidad total de propeno con inserción (2,1-eritro) secundaria se cuantificó basándose en el sitio de metileno $\alpha\alpha$ 21e9 a 42,4 ppm:

$$20 \quad P_{21} = I_{\alpha\alpha}21e9$$

La cantidad total de propeno con inserción (1,2) primaria se cuantificó basándose en los sitios principales de metileno S $\alpha\alpha$ a 46,7 ppm y compensando la cantidad relativa de 2,1 eritro, unidades metileno α B4 y $\alpha\alpha$ B4B4 de propeno no contabilizadas (obsérvese que H y HH cuenta el número de monómeros de hexeno por secuencia, no el número de secuencias):

$$P_{12} = I_{S\alpha\alpha} + 2 * P_{21} + H + HH / 2$$

30 Se cuantificó la cantidad total de propeno como la suma de propeno con inserción primaria (1,2) y secundaria (2,1-eritro):

$$P_{total} = P_{12} + P_{21} = I_{S\alpha\alpha} + 3 * I_{\alpha\alpha}21e9 + (I_{\alpha}B4 - 2 * I_{\alpha\alpha}B4) / 2 + I_{\alpha\alpha}B4$$

Esto se simplifica a:

$$35 \quad P_{total} = I_{S\alpha\alpha} + 3 * I_{\alpha\alpha}21e9 + 0,5 * I_{\alpha}B4$$

La fracción molar total de 1-hexeno en el polímero se calculó, a continuación, como:

$$40 \quad fH = H_{total} / (H_{total} + P_{total})$$

La ecuación integral completa para la fracción molar de 1-hexeno en el polímero fue:

$$fH = (((I_{\alpha}B4 - 2 * I_{\alpha\alpha}B4) / 2) + (2 * I_{\alpha\alpha}B4)) / ((I_{S\alpha\alpha} + 3 * I_{\alpha\alpha}21e9 + 0,5 * I_{\alpha}B4) + ((I_{\alpha}B4 - 2 * I_{\alpha\alpha}B4) / 2) + (2 * I_{\alpha\alpha}B4))$$

45 Esto se simplifica a:

$$fH = (I_{\alpha}B4/2 + I_{\alpha\alpha}B4) / (I_{S\alpha\alpha} + 3 * I_{\alpha\alpha}21e9 + I_{\alpha}B4 + I_{\alpha\alpha}B4)$$

50 Se calculó la incorporación total de comonomero de 1-hexeno en porcentaje en moles a partir de las fracciones en moles en la forma convencional:

$$H [\% \text{ en moles}] = 100 * fH$$

55 La incorporación de comonomero total de 1-hexeno en porcentaje en peso se calculó a partir de la fracción molar en la forma convencional:

$$H [\% \text{ en peso}] = 100 * (fH * 84,16) / ((fH * 84,16) + ((1 - fH) * 42,08))$$

Cálculo del contenido de comonómero del segundo copolímero aleatorio de propileno (B):

$$\frac{C(CPP) - w(A) \times C(A)}{w(B)} = C(B)$$

5

en donde

- 10 w(A) es la fracción en peso del primer copolímero aleatorio de propileno (A),
 w(B) es la fracción en peso del segundo copolímero aleatorio de propileno (B),
 C(A) es el contenido de comonómero [en % en peso] medido mediante espectroscopía por RMN de ¹³C del primer copolímero aleatorio de propileno (A), es decir, del producto del primer reactor (R1),
 C(CPP) es el contenido de comonómero [en % en peso] medido mediante espectroscopía por RMN de ¹³C del producto obtenido en el segundo reactor (R2), es decir, la mezcla del primer copolímero aleatorio de propileno (A) y el segundo copolímero aleatorio de propileno (B) [del copolímero de propileno (C-PP)],
 15 C(B) es el contenido de comonómero calculado [en % en peso] del segundo copolímero aleatorio de propileno (B).

Índice de fluidez (MFR)

20

El índice de fluidez (MFR) de la composición polimérica se mide de acuerdo con la norma ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg de carga). El índice de fluidez se mide como MFR₂ de acuerdo con la norma ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg de carga) para polipropileno y se indica en g/10 min. El MFR es una indicación de la fluidez y, por tanto, de la procesabilidad, del polímero. Cuanto mayor es el índice de fluidez, menor es la viscosidad del polímero.

25

Cálculo del índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) del segundo copolímero aleatorio de propileno (B):

$$MFR(B) = 10^{\left[\frac{\log(MFR(C)) - w(A) \times \log(MFR(A))}{w(B)} \right]}$$

30 en donde

- w(A) es la fracción en peso del primer copolímero aleatorio de propileno (A),
 w(B) es la fracción en peso del segundo copolímero aleatorio de propileno (B),
 MFR(A) es el índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) [en g/10 min] medido de acuerdo con la norma ISO 1133 del primer copolímero aleatorio de propileno (A),
 35 MFR(C) es el índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) [en g/10 min] medido de acuerdo con la norma ISO 1133 de la composición de polipropileno (P),
 MFR(B) es el índice de fluidez calculado MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) [en g/10 min] del segundo copolímero aleatorio de propileno (B).

40

La fracción soluble en xileno a temperatura ambiente (XCS, % en peso)

La cantidad del polímero soluble en xileno se determina a 25 °C de acuerdo con la norma ISO 16152; 5ª edición; 01-07-2005.

45

Solubles en hexano (C6 FDA, % en peso)

Sección 177.1520 de la FDA

50 Se añade 1 g de una película de polímero de 100 µm de espesor a 400 ml de hexano a 50 °C durante 2 horas mientras se agita con un refrigerador de reflujo.

Después de 2 horas, la mezcla se filtra inmediatamente sobre un papel de filtro N.º 41.

55 El precipitado se recoge en un recipiente de aluminio y el hexano residual se evapora en un baño de vapor bajo flujo de N₂.

La cantidad de solubles en hexano está determinada por la fórmula

$$60 \quad ((\text{peso muestra} + \text{peso crisol}) - (\text{peso crisol})) / (\text{peso muestra}) \cdot 100.$$

Módulo de flexión

El módulo de flexión se determinó en flexión en 3 puntos de acuerdo con la ISO 178 en barras de ensayo de 80 × 10 × 4 mm³ moldeadas por inyección a 23 °C de acuerdo con la norma EN ISO 1873-2.

5

Resistencia al impacto con entalla (NIS)

La resistencia al impacto con entalla Charpy se midió de acuerdo con la norma ISO 179 1eA a +23 °C y -20 °C, usando como probetas barras moldeadas por inyección de 80 × 10 × 4 mm³ preparadas de acuerdo con la norma EN ISO 1873-2.

10

Turbidez

Turbidez determinada de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 sobre placas de 60 × 60 × 1 mm³ moldeadas por inyección de acuerdo con la norma EN ISO 1873-2. **Turbidez** designa un valor de turbidez determinado sobre placas de 1 mm de espesor. **Turbidez (película)** designa un valor de turbidez determinado de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 sobre películas de 50 µm de espesor.

15

La **esterilización por vapor** se realizó en una máquina de la serie Systec D (Systec Inc., EE.UU.). Las muestras se calentaron a una velocidad de calentamiento de 5 °C/min partiendo de 23 °C. Después de haberse mantenido durante 30 min a 121 °C, se retiraron inmediatamente del esterilizador por vapor y se almacenaron a temperatura ambiente hasta su procesamiento posterior.

20

Módulo de tracción en dirección de la máquina y transversal, se determinaron de acuerdo con la norma ISO 527-3 en películas fundidas de 50 µm a una velocidad de la cruceta de 1 mm/min.

25

Energía de penetración total relativa (Dina)

La resistencia al impacto de las películas se determina mediante el método "Dynatest" de acuerdo con la norma ISO 7725-2 a 23 °C y 0 °C en películas fundidas con un espesor de 50 µm. El valor "Dina (23 °C) o Dina (0 °C)" [J/mm] representa la energía de penetración total relativa por mm de espesor que una película puede absorber antes de romperse dividida por el espesor de la película. Cuanto mayor sea este valor, más duro es el material.

30

Blanqueamiento por estrés

El blanqueamiento por estrés se determina mediante una prueba de flexión modificada en tres puntos, concretamente, la prueba de flexión invertida en tres puntos, (véase Figura 1).

35

La prueba de flexión invertida en tres puntos se lleva a cabo en una máquina de ensayo universal (Zwick Z010) a 50 mm/min. Las muestras son probetas UL94 moldeadas por inyección de 2 mm de espesor (125 × 12,5 × 2 mm).

40

La configuración experimental consiste en una prueba de flexión invertida en tres puntos junto con un sistema de detección óptica.

La configuración mecánica consiste en:

45

una parte fija (1), con una luz (2) de 40 mm, una parte móvil que incluye un borde de carga (3) con una fuente de luz (4) y un sensor óptico (5) fijado en la parte móvil muy cerca por encima y por debajo de la probeta (6) mediante una varilla vertical. Esto garantiza que la distancia entre la fuente de luz y el sensor óptico permanezca constante durante la prueba, lo cual es un requisito previo para una buena reproducibilidad de las mediciones.

50

Se registran las curvas de fuerza-deflexión y de señal óptica-deflexión. Al principio de la prueba, la señal óptica (7) se calibra al 100 % (7a), independientemente de la transparencia/turbidez inicial de la muestra insertada.

La aparición de blanqueamiento por estrés se correlaciona con una fuerte caída en la curva de señal óptica-deflexión (véase la Figura 2).

55

Se determinan tres parámetros diferentes:

a) Ángulo de blanqueamiento por estrés,

60

b) Tamaño residual (anchura) de las zonas de decoloración

c) Intensidad del blanqueamiento por estrés

65

a) **El ángulo de blanqueamiento por estrés [°] (ángulo SW)**, (también: ángulo de flexión o ángulo de inicio)

indica el ángulo de flexión en donde se produce el blanqueamiento por estrés (SW). La aparición de blanqueamiento por estrés se correlaciona con una fuerte caída de la respuesta óptica (transmisión de la luz) durante la flexión (véase la Figura 2).

5 El ángulo de inicio del blanqueamiento por estrés se determina de acuerdo con la fórmula (VI):

$$\text{Ángulo de inicio} = (3 \cdot 10^{-5} \cdot s^4) - (2,1 \cdot 10^{-3} \cdot s^3) - (3,48 \cdot 10^{-2} \cdot s^2) + (6,4591 \cdot s) - 0,9997 \quad (\text{VI})$$

en donde

10 "s" designa la deflexión del borde de carga, en el cual la curva de transmisión de la luz cae y se determina como se ilustra en la Figura 2:

15 Al principio de la prueba, la señal óptica (7) se calibra al 100 % (7a), independientemente de la transparencia/turbidez inicial de la muestra insertada. La deflexión del (los) borde(s) de carga, en la que la curva de transmisión de la luz cae está determinada por el valor de la abscisa (8) de la intersección entre la tangente de la pendiente de la señal óptica (7b) y la línea del 100 % de la señal óptica inicial (7a)

20 b) Tamaño residual (anchura) de las zonas de decoloración inmediatamente después de una flexión de 90°, medido en [mm], también denominada "Res-SW 90°" o "blanqueamiento por estrés residual (Res-SW)";
La anchura de una zona de decoloración (b) se determina de la siguiente manera:

20 Las pruebas se realizan con una deflexión correspondiente a un ángulo de 90° de acuerdo con la fórmula (VI) anterior. A continuación, la probeta se descarga de golpe con una velocidad de cruceta de 400 mm/min. La anchura del área de decoloración se mide inmediatamente después de la prueba usando un calibre deslizante.

25 c) **Intensidad del blanqueamiento por estrés (intensidad SW):** esta es la intensidad residual de la zona de decoloración inmediatamente después de una curvatura de 90 grados C (apreciación visual de 0 a 5, siendo 0: sin decoloración restante, 5: blanqueamiento intenso), también denominada "intensidad SW".

Evaluación de la intensidad del blanqueamiento por estrés:

30 Se atribuye una calificación de 0 cuando no hay decoloración residual; una calificación de 5 cuando el blanqueamiento de la zona deformada es muy pronunciado. El valor obtenido se introduce manualmente en una hoja de resultados; los cálculos promedio están automatizados. La determinación de estos parámetros es algo subjetiva y depende del operador. Aunque los valores obtenidos son algo subjetivos, proporcionan información esencial sobre el potencial de recuperación elástica del material.

Lo importante a destacar, es:

- 40 a. una intensidad de 0 es notablemente baja (es decir, no se ve ninguna decoloración visible)
b. una intensidad de hasta 1 es excelente,
c. una intensidad entre 1,1 y 1,5 es buena;
d. una intensidad entre 1,6 y 3 es aceptable;
e. una intensidad superior a 3 es insuficiente.

45 2. Descripción del material

Homopolímero de polipropileno (H-PP):

50 El H-PP usado en los EI y los EC en la presente invención es el homopolímero de polipropileno Bormed HD800CF (indicado en las tablas como HD800CF), comercializado por Borealis AG, con un MFR₂ de 8 g/10 min y una temperatura de fusión T_m de 164 °C.

Copolímero de propileno (C-PP):

55 La producción del C-PP utilizado en los EI de la presente invención se describe a continuación.

Preparación del catalizador

60 El catalizador utilizado en la producción del C-PP se prepara como se describe en detalle en el documento WO 2015/011135 A1 (complejo de metaloceno MC1 con metilaluminoxano (MAO) y borato que da como resultado el Catalizador 3 descrito en el documento WO 2015/011135 A1) con la condición de que el tensioactivo sea 2,3,3,3-tetrafluoro-2-(1,1,2,2,3,3,3-heptafluoropropoxi)-1-propanol. El complejo de metaloceno (MC1 en el documento WO 2015/011135 A1) se prepara como se describe en el documento WO 2013/007650 A1 (metaloceno E2 en el documento WO 2013/007650 A1).

65

Preparación del copolímero de polipropileno (C-PP)

El copolímero de polipropileno (indicado en las tablas como C-PP) se preparó en un proceso secuencial que comprendía un reactor de bucle y un reactor de fase gaseosa. Las condiciones de reacción se resumen en la Tabla 1.

5

Tabla 1: Preparación del copolímero de polipropileno (C-PP)

		C-PP
Prepolimerización		
Temperatura	[°C]	20
Alimentación de catalizador	[g/h]	2,5
TEAL/C3	[g/t]	0
Alimentación de C3	[kg/h]	60,7
Alimentación de H2	[g/h]	0,5
Tiempo de residencia	[h]	0,2
Bucle (R1)		
Temperatura	[°C]	70
Presión	[kPa]	5292
Relación de H2/C3	[mol/kmol]	0,08
Relación de C6/C3	[mol/kmol]	14,1
MFR ₂	[g/10 min]	1,8
XCS	[% en peso]	1,9
C6	[% en peso]	1,7
Tiempo de residencia	[h]	0,5
División	[% en peso]	42,0
GPR (R2)		
Temperatura	[°C]	80
Presión	[kPa]	2406
Relación de H2/C3	[mol/kmol]	0,8
Relación de C6/C3	[mol/kmol]	9,2
C6 (GPR)	[% en peso]	8,2
MFR ₂ (GPR)	[g/10 min]	1,2
Tiempo de residencia	[h]	2,6
División	[% en peso]	58,0
MFR ₂ (copolímero)	[g/10 min]	1,4
MFR(C-PP)/MFR(A)	[-]	0,74

El polímero modificador utilizado en CE2 es un polímero con bases de polipropileno TAFMER™ PN2060 (indicado en las tablas como PN2060) especializado en la reducción del blanqueamiento por estrés para polipropileno, comercializado por Mitsui Chemicals, con un MFR₂ de 6,0 g/10 min y una temperatura de fusión T_m de 160 °C.

10

3. Ejemplos

Las composiciones de polipropileno se prepararon mezclando en una extrusora de doble tornillo co-rotativo ZSK18 de Coperion con una configuración de tornillo típica y una temperatura de fusión en el intervalo de 200-220 °C. Las hebras fundidas se solidificaron en un baño de agua seguido de peletización de las hebras. Se preparan y caracterizan probetas moldeadas por inyección.

15

ES 2 977 491 T3

Las películas fundidas se produjeron en una línea de películas fundidas a escala del laboratorio Collin con matriz con hendidura y rodillo enfriador. La temperatura de fusión es de 250 °C, el rendimiento es de 7 kg/h, la temperatura del rodillo enfriador es de 15 °C. El espesor de la película es de 50 µm.

5

Las propiedades de los ejemplos se enumeran en la Tabla 2.

Tabla 2: Propiedades de las composiciones poliméricas

	Unidades	CE1	CE2	IE1	IE2	IE3
HD800CF		100	90	90	80	70
C-PP				10	20	30
PN2060			10			
MFR	g/10 min	7,32	7,8	6,83	4,87	4,25
XCS	% en peso	2,76	10,13	2,9	4,02	6,43
Patrón						
Turbidez (1 mm)	%	41	34	44	40	37
Módulo de flexión	MPa	1436	1062	1495	1394	1294
NIS/23 °C	kJ/m ²	3,2	4,78	3,21	3,77	4,3
Intensidad SW	-	3	3	2	2	2,67
Res-SW	-	2,64	2,58	2,26	2,2	2,48
Ángulo SW	°	29,04	39,83	32,08	34,91	38,18
Película						
Turbidez (película)/a.e.	%	6,38	2,28	6,49	3,43	1,83
Turbidez (película)/d.e.	%	8,05	2,86	6,76	4,05	2,39
Dina (23 °C)	J/mm	15,8	17,1	17,2	16,3	17,1
Dina (0 °C)	J/mm	0,3	0,4	0,3	0,3	0,3
C6 FDA	% en peso	1,34	2,28	1,52	1,55	1,48
Módulo de tracción (película)	MPa	848	652	838	731	696

10 Los datos de la Tabla 2 muestran claramente que los ejemplos inventivos tienen buena resistencia al impacto, baja turbidez y blanqueamiento por estrés reducido en comparación con los ejemplos comparativos. Los datos aportados demuestran que se cumple claramente el objeto de la presente invención.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de polipropileno que comprende

- 5 a) Un homopolímero de propileno (H-PP) y
- b) Un copolímero de propileno (C-PP) de propileno y 1-hexeno,

En donde

- 10 i. el copolímero de propileno (C-PP) tiene un contenido total de 1-hexeno en el intervalo de 3,8 a 10,0 % en peso,
- ii. el copolímero de propileno (C-PP) tiene un contenido de solubles en xileno (XCS) en el intervalo de 8,0 a 30,0 % en peso, y
- iii. la relación en peso [(C-PP)/(H-PP)] entre el copolímero de propileno (C-PP) y el homopolímero de propileno (H-PP) está en el intervalo de 10/90 a 45/55.

15 2. Composición de polipropileno de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el copolímero de propileno (C-PP) comprende

- 20 b-1) un primer copolímero aleatorio de propileno (A) de propileno y un 1-hexeno que tiene un contenido de 1-hexeno en el intervalo de 0,1 a menos de 3,5 % en peso, y
- b-2) un segundo copolímero aleatorio de propileno (B) de propileno y 1-hexeno que tiene un contenido de 1-hexeno superior al primer copolímero aleatorio de propileno (A).

25 3. Composición de polipropileno de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde el copolímero de propileno (C-PP) cumple la inecuación (1)

$$MFR(C-PP)/MFR(A) \leq 1,0 \quad (1),$$

30 en donde MFR(A) es el índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en [g/10 min] del primer copolímero aleatorio de propileno (A) y MFR(C-PP) es el índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en [g/10 min] del copolímero de propileno (C-PP).

35 4. Composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el copolímero de propileno (PP) tiene un índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 0,4 a 100,0 g/10 min.

40 5. Composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la relación en peso entre el primer copolímero aleatorio de propileno (A) y el segundo copolímero aleatorio de propileno (B) dentro del copolímero de propileno (C-PP) está en el intervalo de 30:70 a 70:30.

45 6. Composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el copolímero de propileno (C-PP) tiene una cantidad de regiodefectos 2,1 eritro en el intervalo de 0,1 a 2,0 % en moles.

50 7. Composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde

- i) el primer copolímero aleatorio de propileno (A) tiene un índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 0,3 a 12,0 g/10 min, y/o
- ii) el segundo copolímero aleatorio de propileno (B) tiene un índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 0,2 a 9,0 g/10 min.

55 8. Composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el copolímero de propileno (C-PP) cumple la inecuación (2)

$$4,5 \leq \frac{C6(C)}{C6(A) \cdot \frac{[A]}{[C]}} \leq 9,0 \quad (2)$$

55 en donde

60 C6(A) es el contenido de 1-hexeno del primer copolímero aleatorio de propileno (A) basado en el peso total del primer copolímero aleatorio de propileno (A) [en % en peso]; C6(C) es el contenido de 1-hexeno del copolímero de propileno (C-PP) basado en el peso total del copolímero de propileno (C-PP) [en % en peso]; y [A]/[C] es la relación en peso entre el primer copolímero aleatorio de propileno (A) y el copolímero de propileno (C-PP) [en g/g].

ES 2 977 491 T3

9. Composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el homopolímero de propileno (H-PP) tiene un índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 1,5 a 100,0 g/10 min.
- 5 10. Composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición de polipropileno tiene un índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 1,5 a 100,0 g/10 min.
- 10 11. Composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición de polipropileno tiene un contenido de solubles en xileno (XCS) en el intervalo de 0,5 a 12,0 % en peso.
12. Artículo, que comprende al menos 90,0 % en peso de la composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.
- 15 13. Artículo de acuerdo con la reivindicación 12, en donde el artículo es una película.
14. Artículo de acuerdo con la reivindicación 13, en donde la película tiene
- 20 i) una turbidez antes de la esterilización por vapor determinada de acuerdo con la norma ASTM D 1003-00 medida en una película moldeada de 50 µm inferior al 10,0 %, y
- ii) una turbidez después de la esterilización por vapor determinada de acuerdo con la norma ASTM D 1003-00 medida en una película moldeada de 50 µm inferior al 12,0 %.
- 25 15. Artículo de acuerdo con la reivindicación 12, en donde el artículo es un artículo moldeado, preferentemente un artículo moldeado por inyección.

Figura 1: representación esquemática de la configuración experimental para la medición del blanqueamiento por estrés

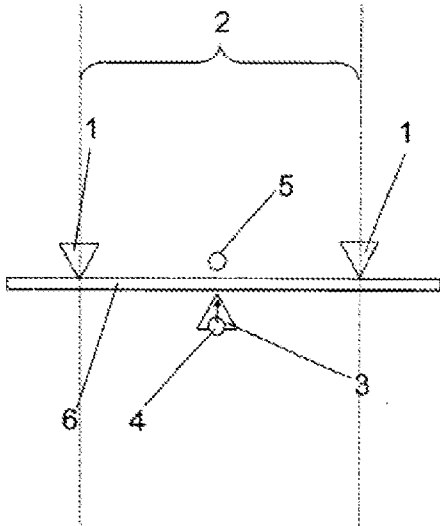


Figura 2: diagrama esquemático de la función registrada durante el experimento de blanqueamiento por estrés

