



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112014031164-1 B1



(22) Data do Depósito: 30/05/2013

(45) Data de Concessão: 13/07/2021

(54) Título: MÉTODO PARA PRODUZIR MASTERBATCH DE NUCLEAÇÃO

(51) Int.Cl.: C08F 2/44; C08J 3/22; C08K 5/098; C08K 5/527; C08L 23/00.

(30) Prioridade Unionista: 09/11/2012 JP 2012-247822; 09/11/2012 JP 2012-247823; 09/11/2012 JP 2012-247826; 09/11/2012 JP 2012-247824; 09/11/2012 JP 2012-247825; (...).

(73) Titular(es): ADEKA CORPORATION.

(72) Inventor(es): TAKASHI AYABE; NAOSHI KAWAMOTO; ATSUSHI SAKAI; TETSUYA SEGUCHI.

(86) Pedido PCT: PCT JP2013065006 de 30/05/2013

(87) Publicação PCT: WO 2013/187240 de 19/12/2013

(85) Data do Início da Fase Nacional: 12/12/2014

(57) Resumo: MÉTODO PARA PRODUZIR MASTERBATCH DE NUCLEAÇÃO. É provido um método para produzir um masterbatch de nucleação, pelo qual um masterbatch de nucleação capaz de aperfeiçoar a transparência e as propriedades físicas de uma resina de olefina pode ser produzido. Esse método é um método para produzir um masterbatch em que um nucleador é misturado em um polímero de olefina, o método sendo caracterizado por compreender a etapa de polimerizar um monômero de olefina com incorporação de um componente de nucleação, que é dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico, antes ou durante a polimerização do monômero de olefina de modo que o componente de nucleação seja misturado em uma quantidade de 0,05 até 20 partes por massa com relação a 100 partes por massa do polímero de olefina obtido pela polimerização do monômero de olefina.

MÉTODO PARA PRODUZIR MASTERBATCH DE NUCLEAÇÃO**Campo da Invenção**

[0001] A presente invenção se refere a um método para produzir um masterbatch de nucleação. Mais particularmente, a presente invenção se refere a um método para produzir um masterbatch de nucleação, pelo qual um masterbatch de nucleação que mostra dispersão excelente em uma resina de olefina e é capaz de aperfeiçoar as propriedades físicas da resina de olefina, tal como transparência e resistência mecânica, pode ser provido.

[0002] A presente invenção também se refere a um método para produzir uma composição de resina à base de olefina. Mais particularmente, a presente invenção se refere a um método para produzir uma composição de resina à base de olefina, pelo qual uma composição de resina à base de olefina que tem excelente temperatura de cristalização e boa transparência pode ser obtida.

[0003] Ademais, a presente invenção se refere a um método para produzir uma composição de resina de olefina. Mais particularmente, a presente invenção se refere a um método para produzir uma composição de resina de olefina que tem excelente transparência e processabilidade por, em um polímero de olefina obtido pela polimerização de um monômero de olefina com um fornecimento de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico, regenerar o nucleador contido no polímero de olefina de uma maneira industrialmente simples e eficaz.

[0004] Ainda ademais, a presente invenção se refere a métodos para produzir uma composição de resina de olefina para películas e materiais de fibra. Mais particularmente, a presente invenção se refere a um método para produzir uma composição de resina de olefina para um material de película

que tem boa capacidade de moldar e excelente transparência pela dispersão de um nucleador nele em um nível alto; e um método para produzir uma composição de resina de olefina para um material de fibra que demonstra ruptura limitada.

[0005] Ainda ademais, a presente invenção se refere a um método para produzir uma composição de resina de olefina para um material sanitário. Mais particularmente, a presente invenção se refere a um método para produzir uma composição de resina de olefina para um material sanitário, que seja capaz de produzir uma composição de resina de olefina que seja adequado para um material sanitário porque ele pode produzir um artigo moldado no qual a migração de um componente de nucleação para a superfície é inibida e as propriedades físicas são aperfeiçoadas.

[0006] Ainda ademais, a presente invenção se refere a um método para produzir uma composição de resina de olefina. Mais particularmente, a presente invenção se refere a um método para produzir uma composição de resina de olefina que pode produzir um artigo moldado que tem excelente rigidez no qual a ocorrência de um defeito na aparência externa é inibida.

Histórico da Técnica

[0007] Primeiramente, resinas de olefina tal como polietileno, polipropileno e polibuteno-1 têm vantagens na sua excelente capacidade de moldar, resistência ao calor, propriedades mecânicas, baixa gravidade específica e similares e são, portanto, amplamente utilizadas em películas, chapas e diversos artigos moldados (tal como componentes estruturais). No entanto, como as resinas de olefina têm uma baixa taxa de cristalização após ser moldada por calor, não somente existem ditos problemas que o ciclo de moldagem no processamento é longo, como também existem casos em que o artigo moldado resultante é deformado devido

à cristalização que progride mesmo após moldagem. Ademais, como as resinas de olefina geram cristais grandes quando moldadas por calor, existem ditas desvantagens que artigo moldado resultante tem resistência insuficiente e pouca transparência.

[0008] É conhecido, no entanto, que essas desvantagens são atribuídas à cristalinidade das resinas de olefina e podem ser resolvidas permitindo que pequenos cristais sejam rapidamente gerados. A fim de permitir que pequenos cristais sejam rapidamente gerados, por exemplo, um método de adicionar um nucleador, um promotor de cristalização ou similar é empregado.

[0009] Exemplos do nucleador que são utilizados convencionalmente incluem carboxilatos de metal tal como benzoato de sódio, 4-ter-butilbenzoato de alumínio, adipato de sódio e 2-sódio-biciclo[2.2.1]heptano-2,3-dicarboxilato; fosfatos de metal tal como fosfato de sódio-bis(4-ter-butilfenil), fosfato de sódio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil) e fosfato de lítio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil); e compostos que tem um esqueleto de acetal, tal como sorbitol de dibenzilideno, bis(metilbenzilideno)sorbitol e bis(dimetilbenzilideno)sorbitol. Esses nucleadores são revelados em, por exemplo, Documentos de Patentes 1 até 8.

[0010] Nos casos em que os nucleadores acima descritos são diretamente adicionados a uma resina de olefina, existem problemas em termos do ambiente de trabalho associado com uma adição de pó bem como a facilidade de manuseio tal como bloqueio causado por agregação secundária dos nucleadores. Portanto, tentativas foram feitas para preparar um masterbatch do dito nucleador e, por exemplo, nos Documentos de Patentes 9 e 10, os masterbatch para resinas de olefina são relatados. Além disso, no Documento de Patente 11, um

masterbatch obtido amassando com derretimento uma resina de petróleo e um nucleador é relatado.

[0011] Ademais, Documento de Patente 12 propõe um método no qual propileno é pré-polimerizado e depois polimerização de duas etapas é realizada com uma adição de hidroxibis(p-t-butilbenzoato) de alumínio ou benzoato de sódio como um nucleador.

[0012] Conforme descrito acima, uma variedade de estudos foram realizados no nucleador a ser usado em uma resina de olefina; no entanto, ainda existe espaço para aperfeiçoamento. Por exemplo, aqueles nucleadores revelados nos Documentos de Patentes 1 a 8 não tem nem compatibilidade suficiente com uma resina de olefina nem suficiente dispersabilidade em uma resina de olefina e existe então um problema que, mesmo quando um masterbatch é produzido com uma adição dos respectivos nucleadores em uma alta concentração, os efeitos esperados de adição não são exibidos.

[0013] Ademais, nos masterbatchs para as resinas de olefina que são revelados nos Documentos de Patentes 9 e 10, o efeito de aperfeiçoar a transparência, resistência mecânica e similares de uma resina de olefina não é satisfatório.

[0014] A resina de petróleo revelada no Documento de Patente 11 mostra boa compatibilidade com uma resina de olefina; no entanto, isso pode prejudicar as propriedades físicas intrínsecas da resina de olefina.

[0015] Ademais, em um método no qual um monômero de olefina é polimerizado com incorporação de um nucleador nele no momento da polimerização, foi indicado que problemas que o nucleador reduz a atividade catalítica de um catalisador de polimerização e causa coloração da olefina devido à

interação com o metal do catalisador de polimerização, e existe também um problema que a seleção e gerenciamento das condições de polimerização são complicados.

[0016] O método acima descrito de acordo com o Documento de Patente 12 objetiva na dispersão de maneira uniforme do nucleador e desta forma aperfeiçoar a rigidez do polímero resultante, e é um método de polimerização de duas etapas no qual o nucleador é adicionado após polimerização de propileno de etapa única. No Documento de Patente 12, não é revelado nem que o nucleador pode afetar a atividade de polimerização, nem que o nucleador é mascarado e um efeito adverso sobre uma atividade catalítica é desta forma impedido. Além disso, o método de acordo com o Documento de Patente 12 não mostra qualquer efeito na polimerização de etapa única em que um nucleador é trazido diretamente em contato com um catalisador de polimerização. Ademais, o nucleador descrito no Documento de Patente 12 não se dissolve em um composto de organoalumínio nem em um solvente orgânico e prejudica a atividade de polimerização.

[0017] Segundo, as resinas à base de olefina têm vantagens na sua excelente capacidade de moldar, resistência ao calor, propriedades mecânicas, baixa gravidade específica e similares e são, portanto, amplamente utilizadas em películas, chapas e em diversos artigo moldados (tal como componentes estruturais). No entanto, como as resinas à base de olefina têm uma baixa taxa de cristalização quando moldadas, existem desvantagens quanto às propriedades do ciclo de moldagem são ruins e que os cristais grandes são gerados dependendo do progresso de cristalização após moldagem por calor, que causa uma transparência e resistência insuficientes.

[0018] É conhecido, no entanto, que essas desvantagens são todas atribuídas à cristalinidade das resinas à base de olefina e podem ser resolvidas aumentando suas temperaturas de cristalização para permitir que pequenos cristais sejam rapidamente gerados.

[0019] Para esse propósito, é conhecido adicionar um nucleador ou um promotor de cristalização, e exemplos dos mesmos que são utilizados convencionalmente incluem carboxilatos de metal tal como benzoato de sódio, 4-ter-butilbenzoato de alumínio, adipato de sódio e 2-sódio-biciclo[2.2.1]heptano-2,3-dicarboxilato; fosfatos de metal tal como fosfato de sódio-bis(4-ter-butilfenil), fosfato de sódio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil) e fosfato de lítio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil); e compostos que têm um esqueleto de acetal, tal como sorbitol de dibenzilideno, bis(metilbenzilideno)sorbitol e bis(dimetilbenzilideno)sorbitol.

[0020] Um método para adicionar esses nucleadores é amplamente conhecido e, utilizando um misturador Henschel, um rolo de moinho, um misturador V, um misturador de laço, um misturador amassador, um misturador Banbury, um liquidificador super ou similar, uma resina de olefina e um aditivo(s) que contêm um nucleador são misturados, e a mistura resultante é carregada em uma extrusora e granulada.

[0021] Ademais, Documento de Patente 12 propõe um método no qual hidroxibis(p-t-butilbenzoato) de alumínio ou benzoato de sódio é adicionado como um nucleador no momento de polimerizar o propileno.

[0022] No entanto, em um método no qual um nucleador é misturado no momento de granular um polímero, variações podem ocorrer nas propriedades físicas do produto devido à dispersão defeituosa do nucleador. Além disso, como o

nucleadoré pó, existe um problema de que o ambiente de trabalho é afetado de maneira adversa e contaminado devido ao espalhamento do pó e similares durante a operação. Enquanto isso, a mistura de um nucleador no momento de polimerizar uma olefina tem um problema de que o nucleador inibe a atividade de polimerização.

[0023] O método acima descrito de acordo com o Documento de Patente 12 objetiva dispersar de maneira uniforme o nucleadore desta forma aperfeiçoar a rigidez do polímero resultante, e é um método de polimerização de duas etapas no qual o nucleador é adicionado após polimerização de propileno de etapa única. No Documento de Patente 12, nenhum dos seguintes é revelado: que o nucleador pode afetar a atividade de polimerização; que o nucleador é mascarado e um efeito adverso em uma atividade catalítica é desta forma impedido; e que o efeito do nucleador é aperfeiçoado utilizando um carboxilato de metal alifático ou uma hidrotalcita que contém metal álcali combinado. Além disso, o método de acordo com o Documento de Patente 12 não mostra qualquer efeito em um método de polimerização de etapa única no qual um nucleador é trazido diretamente em contato com um catalisador de polimerização. Ademais, o nucleador descrito no Documento de Patente 12 não se dissolve em um composto de organoalumínio ou um solvente orgânico e prejudica a atividade de polimerização.

[0024] Em terceiro, resinas de olefina não são custosas e favoráveis em diversas propriedades tal como transparência, resistência ao calor, brilho da superfície, resistência a óleo e propriedades mecânicas; portanto, elas são usadas em uma ampla variedade de campos tal como materiais industriais, materiais de automóveis, materiais de eletrodomésticos e materiais de embalagem. Como as resinas

de olefina não são produtos caros, eles estão sendo estudados como uma alternativa para outros materiais de resina.

[0025] Como as resinas de olefina têm uma baixa taxa de cristalização após serem moldadas, existem desvantagens em que o ciclo de moldagem é lento e que os cristais grandes são gerados dependendo do progresso de cristalização após moldagem por calor, que causa uma transparência e resistência insuficientes do artigo moldado resultante. É conhecido, no entanto, que essas desvantagens são todas atribuídas à cristalinidade das resinas de olefina e podem ser resolvidas aumentando suas temperaturas de cristalização para permitir que pequenos cristais sejam rapidamente gerados.

[0026] Como um método de adicionar um nucleador antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina, por exemplo, Documento de Patente 12 propõe um método no qual propileno é pré-polimerizado e depois a polimerização de duas etapas é realizada com uma adição de hidroxibis(p-t-butilbenzoato) de alumínio ou benzoato de sódio como um nucleador. Um dito método no qual um nucleador é adicionado antes ou durante a polimerização é vantajoso no sentido de que uma etapa de misturar o nucleador por um processo de amassar com derretimento tal como extrusão após a polimerização pode ser omitido; no entanto, foi indicado que problemas que o nucleador reduz a atividade catalítica de um catalisador de polimerização e causa coloração do polímero resultante devido à interação com o metal do catalisador de polimerização, e existe também um problema que a seleção e o gerenciamento de condições de polimerização são complicados.

[0027] O método acima descrito de acordo com o Documento de Patente 12 objetiva dispersar de maneira uniforme o nucleadore desta forma aperfeiçoar a rigidez do polímero resultante, e é um método de polimerização de duas etapas no

qual o nucleador é adicionado após polimerização de etapa única do propileno. No Documento de Patente 12, não é revelado nem que o nucleador pode afetar a atividade de polimerização, nem que o nucleador é mascarado e um efeito adverso sobre a atividade catalítica é desta forma impedido. Além disso, o método de acordo com o Documento de Patente 12 não mostra qualquer efeito na polimerização de etapa única em que um nucleador é trazido diretamente em contato com o catalisador de polimerização. Ademais, o nucleador descrito no Documento de Patente 12 não se dissolve em um composto de organoalumínio ou um solvente orgânico e prejudica a atividade de polimerização.

[0028] Geralmente, um próprio nucleador tem fluidez ruim e é então exigido para ser feito em uma massa semifluida com um solvente; no entanto, como um dito nucleador tem capacidade de difusão ruim em uma solução e precipita ao longo do tempo para causar uma concentração desigual, existe um problema que os polímeros de olefina polimerizado por um método de polimerização do tipo lote tem ações e efeitos de nucleação variáveis.

[0029] Em quarto, as resinas de olefina têm vantagens na sua excelente capacidade de moldar, resistência ao calor, propriedades mecânicas, baixa gravidade específica e similares e são, portanto, amplamente utilizadas em películas, chapas e diversos artigos moldados (tal como componentes estruturais). No entanto, como as resinas de olefinas têm uma baixa taxa de cristalização após serem moldadas, existem desvantagens que as propriedades do ciclo de moldagem são ruins e que os cristais grandes são gerados dependendo do progresso de cristalização após moldagem por calor, que causa transparência e resistência insuficientes.

[0030] Essas desvantagens são todas atribuídas à cristalinidade das resinas de olefina e podem ser resolvidas

aumentando suas temperaturas de cristalização para permitir que pequenos cristais sejam rapidamente gerados.

[0031] Para esse propósito, é conhecido adicionar um nucleador, e exemplos dos mesmos que são utilizados convencionalmente incluem carboxilatos de metal tal como benzoato de sódio, 4-ter-butilbenzoato de alumínio, adipato de sódio e 2-sódio-biciclo[2.2.1]heptano-2,3-dicarboxilato; fosfatos de metal tal como fosfato de sódio-bis(4-ter-butilfenil), fosfato de sódio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil) e fosfato de lítio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil); e compostos que têm um esqueleto de acetal, tal como sorbitol de dibenzilideno, bis(metilbenzilideno)sorbitol e bis(dimetilbenzilideno)sorbitol. Esses nucleadores são revelados em, por exemplo, os Documentos de Patentes 1 a 8.

[0032] Um método para adicionar esses nucleadores é amplamente conhecido e, utilizando um misturador Henschel, um rolo de moinho, um misturador V, um misturador de laço, um misturador amassador, um misturador Banbury, um liquidificador super ou similares, uma resina de olefina e um aditivo(s) que contém um nucleador são misturados, e a mistura resultante é carregada em uma extrusora e granulada.

[0033] Ademais, Documento de Patente 12 propõe um método no qual propileno é pré-polimerizado e depois a polimerização de duas etapas é realizada com uma adição de hidroxibis(p-ter-butilbenzoato) de alumínio ou benzoato de sódio como um nucleador.

[0034] No entanto, em um método em que um nucleador é misturado com uma resina de olefina, não somente variações podem ocorrer nas propriedades físicas do produto devido à dispersão defeituosa do nucleador, como também contaminação com um produto de partícula que tem um tamanho grande pode ocorrer. Em um material de película, isso causa um defeito

na aparência externa do artigo moldado resultante tal como superfície áspera e, em um material de fibra, causa ruptura durante moldagem; portanto, os nucleadores que podem ser usados nas aplicações de películas e em materiais de fibra estão limitados. Ademais, em casos em que um nucleador de pó é usado, existe um problema que o ambiente de trabalho é afetado de maneira adversa e contaminado devido ao espalhamento do pó e similares durante a operação.

[0035] Ademais, em um método no qual um monômero de olefina é polimerizado com incorporação de um nucleador nele no momento da polimerização, foi indicado que problemas que o nucleador reduz a atividade catalítica de um catalisador de polimerização e causa a coloração da olefina devido à interação com o metal do catalisador de polimerização, e existe também um problema que a seleção e gerenciamento de condições de polimerização são complicados.

[0036] O método acima descrito de acordo com o Documento de Patente 12 objetiva dispersar de maneira uniforme o nucleadore desta forma aperfeiçoar a rigidez do polímero resultante, e é um método de polimerização de duas etapas no qual o nucleador é adicionado após polimerização de propileno de etapa única. No Documento de Patente 12, não é revelado nem que o nucleador pode afetar a atividade de polimerização, nem que o nucleador é mascarado e um efeito adverso sobre uma atividade catalítica é desta forma impedido. Além disso, o método de acordo com o Documento de Patente 12 não mostra qualquer efeito na polimerização de etapa única em que um nucleador é trazido diretamente em contato com um catalisador de polimerização. Ademais, o nucleadordescrito no Documento de Patente 12 não se dissolve em um composto de organoalumínio ou um solvente orgânico e prejudica a atividade de polimerização.

[0037] Em quinto, as resinas de olefina são baratas e favoráveis em diversas propriedades tal como transparência, resistência ao calor, brilho da superfície, resistência a óleo e propriedades mecânicas; portanto, elas são usadas em uma ampla variedade de campos tal como materiais industriais, materiais de automóveis, materiais de eletrodomésticos e materiais de embalagem. Como as resinas de olefina são produtos baratos, elas estão sendo estudadas como uma alternativa para outros materiais de resina e como materiais para aplicações higiênicas.

[0038] Existem diversas propriedades exigidas para o uso de uma resina de olefina em uma aplicação higiênica. Particularmente, a resina de olefina, como um recipiente ou um material de embalagem, pode entrar em contato direto com o conteúdo; portanto, é importante que os aditivos a serem misturados com a resina de olefina sejam não migratórios e que a propriedade higiênica do artigo moldado seja garantida.

[0039] Enquanto isso, como as resinas de olefinas têm uma baixa taxa de cristalização após serem moldadas, existem desvantagens que o ciclo de moldagem é lento e que os cristais grandes são gerados dependendo do progresso da cristalização após moldagem por calor, que causa a transparência e resistência insuficientes do artigo moldado resultante. É conhecido, no entanto, que essas desvantagens são todas atribuídas à cristalinidade das resinas de olefina e podem ser resolvidas aumentando suas temperaturas de cristalização para permitir os pequenos cristais sejam rapidamente gerados.

[0040] Para esse propósito, é conhecido adicionar um nucleador, e exemplos dos mesmos que são utilizados convencionalmente incluem carboxilatos de metal tal como benzoato de sódio, 4-ter-butilbenzoato de alumínio, adipato de sódio e 2-sódio-biciclo[2.2.1]heptano-2,3-dicarboxilato;

fosfatos de metal tal como fosfato de sódio-bis(4-ter-butilfenil), fosfato de sódio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil) e fosfato de lítio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil); e compostos que têm um esqueleto de acetal, tal como sorbitol de dibenzilideno, bis(metilbenzilideno)sorbitol e bis(dimetilbenzilideno)sorbitol. Esses nucleadores estão revelados, por exemplo, nos Documentos de Patentes 1 a 8.

[0041] Dentre os nucleadores acima descritos, derivados de sorbitol mostram excelente efeito de nucleação; no entanto, dependendo da aplicação, o uso de derivado de sorbitol é limitado porque ele pode sangrar para fora de uma resina para contaminar um rolo durante a formação de película e gerar um forte odor durante o processamento. Ademais, os sais de metal de ácidos carboxílicos aromáticos que são comumente usados funcionam como nucleadores; no entanto, existem os ditos problemas que esses sais de metal marcadamente reduzem a transparência de uma resina de olefina e causa geração de um grande número de vazios quando a resina de olefina é moldada em uma película.

[0042] Como um método de adicionar um nucleadora uma resina de olefina, uma resina de olefina e um(ns) aditivo(s) que contêm um nucleador ou agente de transparentização são misturados utilizando um misturador Henschel, um rolo de moinho, um misturador V, um misturador de laço, um misturador amassador, um misturador Banbury, um liquidificador super ou similares e a mistura resultante é carregada em uma extrusora e granulada.

[0043] Ademais, Documento de Patente 12 propõe um método no qual propileno é pré-polimerizado e depois polimerização de duas etapas é realizada com uma adição de hidroxibis(p-t-butilbenzoato) de alumínio ou benzoato de sódio como um nucleador.

[0044] No entanto, em um método em que um polímero de olefina e um nucleador são misturados e derretidos amassados, existem problemas que o nucleador deve ser adicionado em uma quantidade mais do que necessário a fim de compensar a sua dispersão ruim na resina de olefina e que o nucleador migra à superfície do artigo moldado resultante. Ademais, nos casos em que um nucleador em pó é usado, existe um problema que o ambiente de trabalho é afetado de maneira adversa e contaminado devido ao espalhamento do pó e similares durante a operação.

[0045] Ademais, apesar de um dito método no qual um nucleador é misturado no momento de polimerizar um monômero de olefina seja vantajoso no sentido de que uma etapa de misturar o nucleador por um processo de amassar com derretimento tal como extrusão após a polimerização pode ser omitido, foi indicado que problemas que o nucleador reduz a atividade catalítica de um catalisador de polimerização e causa coloração da resina de olefina resultante devido à interação com o metal do catalisador de polimerização, e existe também um problema que a seleção e gerenciamento de condições de polimerização são complicados.

[0046] O método acima descrito de acordo com o Documento de Patente 12 objetiva dispersar de maneira uniforme o nucleadore desta forma aperfeiçoar a rigidez do polímero resultante, e é um método de polimerização de duas etapas no qual o nucleador é adicionado após polimerização de propileno de etapa única. No Documento de Patente 12, não é revelado nem que o nucleador pode afetar a atividade de polimerização, nem que o nucleador é mascarado e um efeito adverso sobre a atividade catalítica é desta forma impedido. Além disso, o método de acordo com o Documento de Patente 12 não mostra qualquer efeito na polimerização de etapa única em que um nucleador é trazido diretamente em contato com um catalisador

de polimerização. Ademais, o nucleador descrito no Documento de Patente 12 não se dissolve em um composto de organoalumínio nem um solvente orgânico e prejudica a atividade de polimerização.

[0047] Em sexto, as resinas de olefina são convencionalmente conhecidas como resinas que têm peso leve e têm excelentes propriedades mecânicas e físicas, estabilidade química e processabilidade e são, portanto, utilizadas em uma ampla gama de aplicações no campo de materiais industriais, incluindo materiais de transporte tal como recipientes e paletes; componentes interiores e exteriores de automóveis; recipientes de tamanho grande tal como tanques e tambores para produtos químicos e combustíveis industriais; diversos frascos para detergentes líquidos, xampus, condicionadores e óleos de cozinha; e materiais de eletrodomésticos.

[0048] Em anos recentes, a racionalização da produção e redução de custo têm avançado e, no campo de materiais industriais, existe uma crescente demanda para a redução na espessura e peso dos materiais e um aperfeiçoamento de desempenho de extremo alto nível é demandado para as resinas de olefina. A fim de atender a essas demandas, os catalisadores de alto desempenho que têm alta estereoregularidade foram adotados e os projetos de resina foram otimizados; no entanto, a aplicação simples dessas medidas ainda têm que atingir desempenho suficiente e existe uma demanda por um material industrial que tenha rigidez ainda maior. Ainda, para fabricantes de olefinas, uma modificação de grande escala de instalações e transição de catalisador não pode ser considerada vantajosa dos pontos de vista de custo e de lucratividade.

[0049] Convencionalmente, no desenvolvimento do material composto, as tentativas foram feitas para aumentar a rigidez

adicionando um carga, por exemplo, uma carga inorgânica tal como talco, em uma resina de olefina. Por exemplo, isso foi feito nas aplicações de moldagem por sopro de tamanho grande tal como componentes estruturais incluindo peças de automóveis em que a resistência ao calor e a rigidez são exigidos. No entanto, quando a quantidade de uma carga inorgânica a ser adicionado é aumentada para um aperfeiçoamento da rigidez, a gravidade específica é também aumentada, de modo que a redução de peso, que é o propósito original, não pode ser alcançada. Portanto, um material que tem uma rigidez aperfeiçoada cuja gravidade específica não é quase aumentada tem sido muito desejado.

[0050] Como as resinas de olefinas têm uma baixa taxa de cristalização após serem moldadas, existem desvantagens que o ciclo de moldagem é lento e que os cristais grandes são gerados dependendo do progresso de cristalização após moldagem por calor, que causa a transparência e resistência insuficientes do artigo moldado resultante. É conhecido, no entanto, que essas desvantagens são todas atribuídas à cristalinidade das resinas de olefina e podem ser resolvidas permitindo que pequenos cristais sejam rapidamente gerados no momento de moldagem das resinas de olefina.

[0051] Para esse propósito, é conhecido adicionar um nucleador, e exemplos dos mesmos que são utilizados convencionalmente incluem carboxilatos de metal tal como benzoato de sódio, 4-ter-butilbenzoato de alumínio, adipato de sódio e 2-sódio-biciclo[2.2.1]heptano-2,3-dicarboxilato; fosfatos de metal tal como fosfato de sódio-bis(4-ter-butilfenil), fosfato de sódio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil) e fosfato de lítio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil); e compostos que têm um esqueleto de acetal, tal como sorbitol de dibenzilideno, bis(metilbenzilideno)sorbitol e

bis(dimetilbenzilideno)sorbitol. esses nucleadores são revelados em, por exemplo, nos Documentos de Patentes 1 a 8.

[0052] Como um método de adicionar os nucleadores acima descritos em uma resina de olefina, uma resina de olefina e um(ns) aditivo(s) que contém(êm) um nucleador são misturados utilizando um misturador Henschel, um rolo de moinho, um misturador V, um misturador de laço, um misturador amassador, um misturador Banbury, um liquidificador super ou similares e uma mistura resultante é carregada em uma extrusora e granulada.

[0053] Ademais, Documento de Patente 12 propõe um método no qual propileno é pré-polimerizado e depois a polimerização de duas etapas é realizada com uma adição de hidroxibis(p-t-butilbenzoato) de alumínio ou benzoato de sódio como um nucleador.

[0054] No entanto, em um método em que uma resina de olefina e um nucleador são misturados amassando com derretimento, não somente o nucleador deve ser adicionado em uma quantidade mais do que necessário a fim de compensar a sua dispersão ruim, que é economicamente desvantajosa, porém também existem os ditos problemas que a coloração do próprio nucleador faz com que o artigo moldado resultante seja colorido. Por outro lado, nos casos em que um nucleador é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina, existe um problema que o nucleador inibe a polimerização do monômero de olefina.

[0055] Ademais, apesar de um dito método no qual um nucleador é misturado no momento de polimerizar um monômero de olefina ser vantajoso no sentido de que uma etapa de misturar o nucleador por um processo de amassar com derretimento tal como extrusão após a polimerização pode ser omitido, foi indicado que problemas que o nucleador reduz a atividade catalítica de um catalisador de polimerização e

causa a coloração da resina de olefina resultante devido à interação com o metal do catalisador de polimerização, e existe também um problema que a seleção e gerenciamento de condições de polimerização são complicados.

[0056] O método acima descrito de acordo com o Documento de Patente 12 objetiva dispersar de maneira uniforme o nucleadore desta forma aperfeiçoar a rigidez do polímero resultante, e é um método de polimerização de duas etapas no qual o nucleador é adicionado após polimerização de propileno de etapa única. No Documento de Patente 12, não é revelado nem que o nucleador pode afetar a atividade de polimerização, nem que o nucleador é mascarado e um efeito adverso sobre a atividade catalítica é desta forma impedido. Além disso, o método de acordo com o Documento de Patente 12 não mostra qualquer efeito na polimerização de etapa única em que um nucleador é trazido diretamente em contato com um catalisador de polimerização. Ademais, o nucleadordescrito no Documento de Patente 12 não se dissolve em um composto de organoalumínio nem em um solvente orgânico e prejudica a atividade de polimerização.

Documentos da Técnica Relacionada

Documento de Patentes

[0057] Documento de Patente 1: Publicação de Pedido de Patente Japonesa pendente N°. S58-1736

[0058] Documento de Patente 2: Publicação de Pedido de Patente Japonesa pendente N°. S59-184252

[0059] Documento de Patente 3: Publicação de Pedido de Patente Japonesa pendente N°. H6-340786

[0060] Documento de Patente 4: Publicação de Pedido de Patente Japonesa pendente N°. H7-11075

[0061] Documento de Patente 5: Publicação de Pedido de Patente Japonesa pendente N°. H7-48473

[0062] Documento de Patente 6: Publicação de Pedido de Patente Japonesa pendente N°. H8-3364

[0063] Documento de Patente 7: Publicação de Pedido de Patente Japonesa pendente N°. H9-118776

[0064] Documento de Patente 8: Publicação de Pedido de Patente Japonesa pendente N°. H10-25295

[0065] Documento de Patente 9: Publicação de Pedido de Patente Japonesa pendente N°. H9-157437

[0066] Documento de Patente 10: Publicação de Pedido de Patente Japonesa pendente N°. 2000-3658

[0067] Documento de Patente 11: Publicação de Pedido de Patente Japonesa pendente N°. 2009-62417

[0068] Documento de Patente 12: Patente Japonesa N°. 3044259

Revelação da Invenção

Problemas a serem resolvidos pela invenção

[0069] Um primeiro objeto da presente invenção é prover um método para produzir um masterbatch de nucleação pelo qual um masterbatch de nucleação capaz de aperfeiçoar a transparência e as propriedades físicas de uma resina de olefina pode ser produzido.

[0070] Um segunda objeto da presente invenção é prover um método para produzir uma composição de resina à base de olefina pelo qual uma composição de resina à base de olefina que tenha excelente temperatura de cristalização e excelente transparência pode ser produzido sem prejudicar a atividade de polimerização da olefina.

[0071] Um terceiro objeto da presente invenção é prover um método para produzir uma composição de resina de olefina pelo qual uma composição de resina de olefina que tenha excelente transparência e processabilidade pode ser produzido.

[0072] Um quarto objeto da presente invenção é prover um método para produzir uma composição de resina de olefina para película e materiais de fibra no qual, através da alta dispersão de um componente de nucleação em uma resina de olefina, a moldabilidade e transparência podem ser aperfeiçoadas e a produção estável de película e de materiais de fibra pode ser alcançada.

[0073] Um quinto objeto da presente invenção é prover um método para produzir uma composição de resina de olefina para um material sanitário, que seja capaz de produzir uma composição de resina de olefina que seja adequada para um material sanitário porque ele pode produzir um artigo moldado no qual a migração de um componente de nucleação para a superfície é inibida e as propriedades físicas são aperfeiçoadas.

[0074] Um sexto objeto da presente invenção é prover um método para produzir uma composição de resina de olefina que pode produzir um artigo moldado que tenha excelente rigidez na qual a ocorrência de um defeito na aparência externa é inibida.

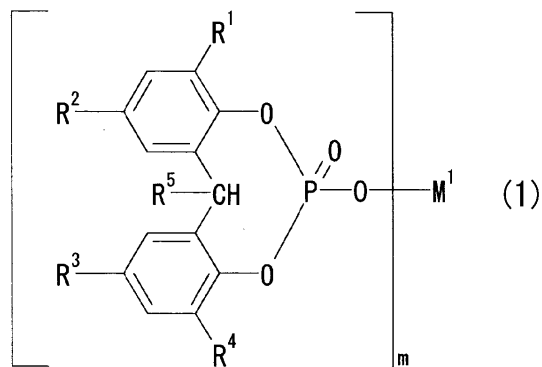
Meios para Resolver os Problemas

[0075] A fim de resolver o primeiro problema descrito acima, os presentes inventores estudaram intensivamente e descobriram que esse problema pode ser resolvido polimerizando um monômero de olefina com o uso de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e em um solvente orgânico, desta forma completando a presente invenção.

[0076] Isto é, o método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a primeira modalidade da presente invenção está caracterizado por compreender a etapa de polimerizar um monômero de olefina com incorporação de um componente de nucleação, que é dissolvido em um composto de

organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e em um solvente orgânico, antes ou durante a polimerização do monômero de olefina de modo que o componente de nucleação seja misturado em uma quantidade de 0,05 a 20 partes em massa com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização do monômero de olefina.

[0077] No método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a primeira modalidade da presente invenção, é preferido que o nucleador acima descrito seja um composto representado pela seguinte Fórmula (1):



[0078] (em que, R^1 a R^4 cada representa independentemente um átomo de hidrogênio ou um grupo de alquila que tem de 1 a 9 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente; R^5 representa um átomo de hidrogênio ou um grupo de metila; m representa 1 ou 2; quando m for 1, M^1 representa um átomo de hidrogênio; e, quando m for 2, M^1 representa um elemento do Grupo II, $\text{Al}(\text{OH})$ ou Zn).

[0079] No método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a primeira modalidade da presente invenção, é preferido que o nucleador acima descrito seja um composto de amida.

[0080] No método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a primeira modalidade da presente invenção, é também preferido que o composto de organoalumínio acima descrito seja um trialquilalumínio.

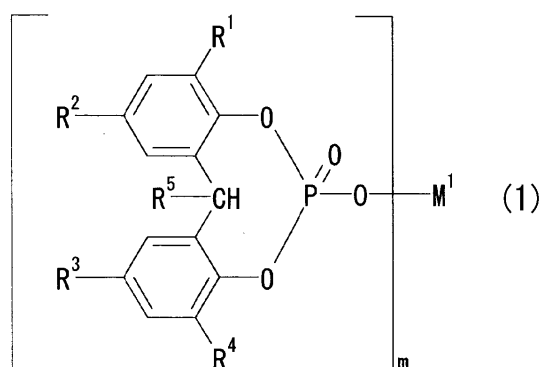
[0081] Ademais, no método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a primeira modalidade da presente invenção, é preferido que o solvente orgânico acima descrito seja selecionado a partir de compostos de hidrocarboneto alifáticos e de compostos de hidrocarboneto aromáticos.

[0082] O artigo moldado de acordo com a primeira modalidade da presente invenção está caracterizado no sentido de que é obtido pela mistura uma resina de olefina com um masterbatch de nucleação obtido por qualquer uns dos métodos acima descritos para produzir um masterbatch de nucleação e subsequentemente moldar o resultante.

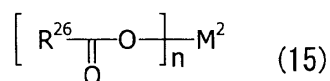
[0083] Ademais, a fim de resolver o segundo problema acima descrito, os presentes inventores estudaram intensivamente e descobriram que esse problema pode ser resolvido por um método de produção que compreende: uma primeira etapa de polimerizar um monômero de olefina com uma adição de um componente de nucleação dissolvido utilizando um composto de organoalumínio; e uma segunda etapa de adicionar um carboxilato de metal alifático ou uma hidrotalcita que contém metal álcali em um polímero obtido pela polimerização na primeira etapa e derreter amassando a mistura resultante, desta forma completando a presente invenção.

[0084] Isto é, o método para produzir uma resina à base de olefina de acordo com a segunda modalidade da presente invenção está caracterizado por compreender: a primeira etapa de misturar um componente de nucleação, que compreende um ou mais compostos representados pela seguinte Fórmula (1) e é dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico, antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina de modo que o componente de nucleação seja incorporado em uma quantidade de 0,001 a 10 partes em massa com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela

polimerização; e a segunda etapa de adicionar pelo menos um carboxilato alifático de metal representado pela seguinte Fórmula (15) ou uma hidrotalcita que contém metal álcali em uma quantidade de 0,001 a 10 partes em massa com relação a 100 partes em massa do polímero obtido pela polimerização do monômero de olefina e subsequentemente amassar com derretimento a mistura resultante:



[0085] (em que, R^1 a R^4 cada representa independentemente um átomo de hidrogênio ou um grupo de alquila que tem de 1 a 9 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente; R^5 representa um átomo de hidrogênio ou um grupo de metila; m representa 1 ou 2; quando m for 1, M^1 representa um átomo de hidrogênio; e, quando m for 2, M^1 representa um elemento do Grupo II, $\text{Al}(\text{OH})$ ou Zn).



[0086] (em que, R^{26} representa um grupo alifático que tem de 1 a 30 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e tem opcionalmente um ou mais substituintes selecionados a partir de um grupo de hidroxila e grupos de cicloalquila; M^2 representa um átomo de metal; e n é um número inteiro de 1 a 4, representando a valência de M^2).

[0087] No método para produzir uma composição de resina à base de olefina de acordo com a segunda modalidade da presente invenção, é preferido que, nenhum componente de nucleação acima descrito que compreende um ou mais compostos representados pela Fórmula (1) e é dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e em um solvente orgânico, a razão do componente de nucleação e o composto de organoalumínio esteja na faixa de 1/1.000 para 1/0,3 em termos da razão molar do componente de nucleação e do teor de alumínio do composto de organoalumínio.

[0088] No método para produzir uma composição de resina à base de olefina de acordo com a segunda modalidade da presente invenção, é preferido que o carboxilato de metal alifático acima descrito representado pela Fórmula (15) seja selecionado a partir do grupo que consiste de estearato de lítio, miristato de lítio, estearato de sódio, miristato de sódio e compostos de hidroxí substituídos dos mesmos.

[0089] No método para produzir uma composição de resina à base de olefina de acordo com a segunda modalidade da presente invenção, é preferido que o metal alcali contido na hidrotalcita acima descrita que contém metal alcali seja sódio ou lítio.

[0090] No método para produzir uma composição de resina à base de olefina de acordo com a segunda modalidade da presente invenção, é preferido que o composto de organoalumínio acima descrito seja um trialkilalumínio.

[0091] O artigo moldado de acordo com a segunda modalidade da presente invenção está caracterizado no sentido de que seja obtido pela moldagem uma composição de resina à base de olefina produzida por qualquer um dos métodos acima descritos para produzir uma composição de resina à base de olefina.

[0092] Ainda ademais, a fim de resolver o terceiro problema acima descrito, os presentes inventores estudaram

intensivamente e conceberam um método de polimerizar um monômero de olefina com um fornecimento de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico.

[0093] Ademais, os presentes inventores descobriram que, com um nucleador mascarado sendo misturado em um polímero de olefina, as ações e efeitos do nucleador não podem ser enxertadas de maneira adequada e a transparência de um artigo moldado obtido pela moldagem do polímero de olefina pode ser prejudicada conseqüentemente. Como um resultado de estudar intensivamente esse ponto, os presentes inventores descobriram que o problema acima descrito pode ser resolvido empregando um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton ou de vapor, desta forma completando a presente invenção.

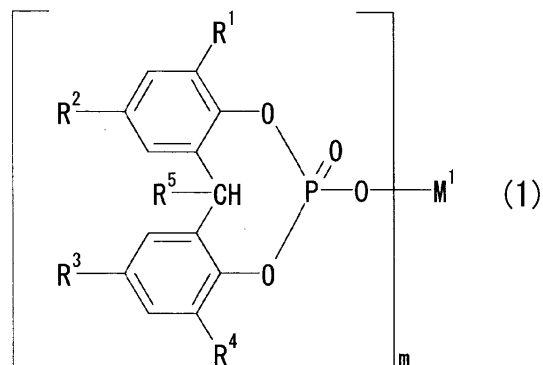
[0094] De acordo com os estudos conduzidos pelos presentes inventores, um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico pode ser regenerado trazendo-o em contato com água ou com uma substância doadora de próton. Nos casos em que um método no qual um catalisador de polimerização é decomposto por um processo de tratamento de água é empregado, um nucleador é também esperado para ser regenerado pelo tratamento de água; no entanto, um aumento na quantidade de água de tratamento causa um aumento no teor de água do polímero resultante. Quando um polímero de olefina que tem um alto teor de água é moldado, existem ditos problemas que a transparência do artigo moldado resultante é reduzida e que bolhas de ar são formadas no artigo moldado. Ademais, um extensivo processo de tratamento de água é industrialmente desvantajoso porque ele causa um aumento na energia necessária para a etapa de separar água e o polímero de olefina ou secagem. Portanto, empregando um gás nitrogênio

que contém água ou uma substância doadora de próton ou vapor, uma composição de resina de olefina que tem excelente transparência e processabilidade pode ser produzida por um método industrialmente vantajoso.

[0095] Isto é, o método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a terceira modalidade da presente invenção está caracterizado por compreender a etapa de trazer um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton, ou vapor, em contato com um polímero de olefina obtido pela polimerização de um monômero de olefina com incorporação de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico antes ou durante a polimerização.

[0096] Ademais, o método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a terceira modalidade da presente invenção está também caracterizada por compreender a etapa de amassar com derretimento de um polímero de olefina, que é obtido pela polimerização de um monômero de olefina com incorporação de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico antes ou durante a polimerização, enquanto injeta um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton, ou vapor, em uma extrusora.

[0097] Em uma terceira modalidade da presente invenção, é preferido que o nucleador acima descrito seja um composto representado pela seguinte Fórmula (1):



[0098] (em que, R^1 a R^4 cada representa independentemente um átomo de hidrogênio ou um grupo de alquila que tem de 1 a 9 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente; R^5 representa um átomo de hidrogênio ou um grupo de metila; m representa 1 ou 2; quando m for 1, M^1 representa um átomo de hidrogênio; e, quando m for 2, M^1 representa um elemento do Grupo II, Al(OH) ou Zn).

[0099] Em uma terceira modalidade da presente invenção, é preferido que o nucleador acima descrito seja um composto de amida.

[00100] Em uma terceira modalidade da presente invenção, é também preferido que o composto de organoalumínio acima descrito seja um trialquilalumínio.

[00101] Ademais, em uma terceira modalidade da presente invenção, é preferido que o solvente orgânico acima descrito seja selecionado a partir de compostos de hidrocarboneto alifáticos e de compostos de hidrocarboneto aromáticos.

[00102] Em uma terceira modalidade da presente invenção, é preferido que a substância doadora de próton acima descrita seja selecionada a partir de metanol e etanol.

[00103] Em uma terceira modalidade da presente invenção, é também preferido que o polímero de olefina acima descrito seja polipropileno.

[00104] A composição de resina de olefina de acordo com a terceira modalidade da presente invenção é produzida pelo

método acima descrito para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a presente invenção e caracterizada por ter um teor de água na faixa de 0,1 a 5 partes em massa com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina.

[00105] O artigo moldado de acordo com a terceira modalidade da presente invenção está caracterizado no sentido de que é obtido pela moldagem da composição de resina de olefina acima descrita.

[00106] Ainda ademais, a fim de resolver os quarto, quinto e sexto problemas acima descritos, os presentes inventores estudaram intensivamente e descobriram que esses problemas podem ser resolvidos por polimerizar um monômero de olefina com o uso de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico, desta forma completando a presente invenção.

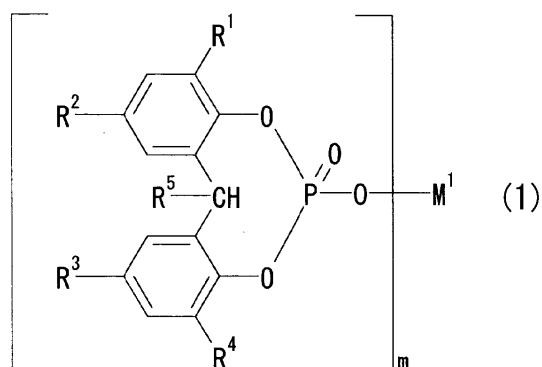
[00107] Isto é, o método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a quarta modalidade da presente invenção está caracterizado por compreender a etapa de polimerizar um monômero de olefina com incorporação de um componente de nucleação, que é dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico, antes ou durante a polimerização do monômero de olefina de modo que o componente de nucleação seja misturado em uma quantidade de 0,001 a 0,5 partes em massa com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização do monômero de olefina.

[00108] O método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a quarta modalidade da presente invenção pode produzir preferencialmente uma composição de resina de olefina que não demonstra embassamento em um teste de embassamento estabelecido em ISO-6452 sob condições em que a temperatura de aquecimento seja 100°C, o tempo de

aquecimento seja de 5 horas e a temperatura de resfriamento seja 50°C.

[00109] O método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a quarta modalidade da presente invenção pode produzir preferencialmente uma composição de resina de olefina capaz de produzir um artigo moldado que tem um módulo de flexão, que é medido de acordo com ISO178, não inferior a 1.600 MPa, e compreende a etapa de polimerizar um monômero de olefina com incorporação de um componente de nucleação, que é dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico, antes ou durante a polimerização do monômero de olefina de modo que o componente de nucleação é misturado em uma quantidade de 0,001 a 0,5 partes em massa com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização do monômero de olefina.

[00110] No método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a quarta modalidade da presente invenção, é preferido que o nucleador acima descrito seja um composto representado pela seguinte Fórmula (1):



[00111] (em que, R¹ a R⁴ cada representa independentemente um átomo de hidrogênio ou um grupo de alquila que tem de 1 a 9 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente; R⁵ representa um átomo de hidrogênio ou um grupo de metila; m representa 1 ou 2; quando m for 1, M¹ representa um átomo de

hidrogênio; e, quando m for 2, M¹ representa um elemento do Grupo II, Al(OH) ou Zn).

[00112] No método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a quarta modalidade da presente invenção, é preferido que o nucleador acima descrito seja um composto de amida.

[00113] No método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a quarta modalidade da presente invenção, é preferido que o composto de organoalumínio acima descrito seja um trialkilalumínio.

[00114] Ademais, no método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a quarta modalidade da presente invenção, é preferido que o solvente orgânico acima descrito seja selecionado a partir de compostos de hidrocarboneto alifáticos e de compostos de hidrocarboneto aromáticos.

[00115] O artigo moldado de acordo com a quarta modalidade da presente invenção está caracterizado no sentido de que seja obtido pela moldagem uma composição de resina de olefina produzida por qualquer um dos métodos acima descritos para produzir uma composição de resina de olefina.

[00116] O material sanitário da presente invenção está caracterizado no sentido de que é obtido pela moldagem uma composição de resina de olefina produzida pelo método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a quarta modalidade da presente invenção.

[00117] A película da presente invenção está caracterizado no sentido de que é obtida pela moldagem uma composição de resina de olefina produzida pelo método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a quarta modalidade da presente invenção.

[00118] O material de fibra da presente invenção está caracterizado no sentido de que é obtido pela moldagem uma

composição de resina de olefina produzida pelo método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a quarta modalidade da presente invenção.

Efeitos da Invenção

[00119] De acordo com a primeira modalidade da presente invenção, um masterbatch de nucleação que tem excelente transparência e seja capaz de transmitir um polímero de olefina com uma alta temperatura de cristalização pode ser produzido. Acredita-se que isso se deve ao fato de que o nucleador é dispersado de maneira uniforme e o polímero de olefina seja cristalizado de maneira homogênea como resultado.

[00120] De acordo com a segunda modalidade da presente invenção, uma composição de resina à base de olefina que tem excelente transparência e uma alta temperatura de cristalização pode ser produzido.

[00121] De acordo com a terceira modalidade da presente invenção, um método para produzir uma composição de resina de olefina pelo qual uma composição de resina de olefina que tem excelente transparência e processabilidade pode ser produzida, uma composição de resina de olefina produzida pelo método, e um artigo moldado dos mesmos podem ser providos.

[00122] De acordo com a quarta modalidade da presente invenção, um artigo moldado que tem transparência e moldabilidade aperfeiçoadas pode ser obtido e, particularmente, um material de película e um material de fibra podem ser produzidos de maneira estável.

[00123] Além disso, de acordo com a quarta modalidade da presente invenção, um método para produzir uma composição de resina de olefina para um material sanitário, que seja capaz de produzir uma composição de resina de olefina que seja adequada para um material sanitário porque ele pode produzir

um artigo moldado no qual a migração de um componente de nucleação para a superfície seja inibida e as propriedades físicas sejam aperfeiçoadas, pode ser provido.

[00124] Ademais, de acordo com a quarta modalidade da presente invenção, um método para produzir uma composição de resina de olefina, pelo qual uma composição de resina de olefina que pode produzir um artigo moldado que tem excelente rigidez no qual a ocorrência de um defeito na aparência externa é inibida pode ser produzido sem uma redução na atividade de polimerização, pode ser provido, e redução de peso e desgaste de um artigo moldado pode ser então alcançado.

Modo de Execução da Invenção

[00125] [Modo de Execução da Primeira Modalidade da presente invenção]

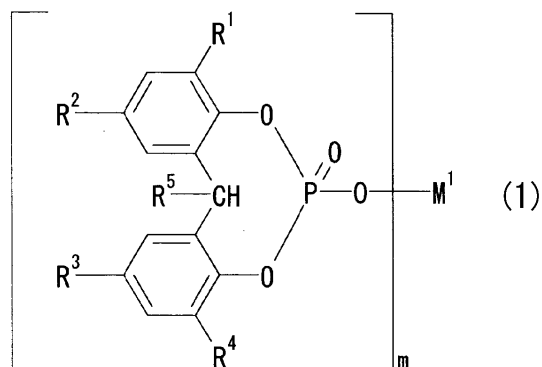
[00126] O método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a primeira modalidade da presente invenção será descrito agora em detalhes.

[00127] Exemplos do componente do nucleador (agente de nucleação) usados na presente invenção incluem nucleadores que se dissolvem em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico. Aqueles nucleadores que não dissolvem mostram dispersão ruim em uma resina, de modo que os efeitos da presente invenção podem não ser alcançados. É então necessário checar a solubilidade do componente de nucleação antes de executar o método de produção da presente invenção. Se um nucleador se dissolve ou não pode ser julgado pela dissolução do nucleador no composto de organoalumínio ou no composto de organoalumínio e no solvente orgânico e examinando visualmente se um material residual é gerado.

[00128] Exemplos específicos de um dito composto incluem compostos representados pela Fórmula (1) abaixo descrita,

fosfatos de metal tal como fosfato de lítio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil), e compostos de amida; no entanto, como um nucleador decomposto por um composto de organoalumínio pode colorir o polímero resultante ou inibir a atividade de polimerização, um dito nucleador não pode ser usado no método de produção da presente invenção.

[00129] Na presente invenção, como o nucleador acima descrito, um composto representado pela seguinte Fórmula (1) é usado preferencialmente:



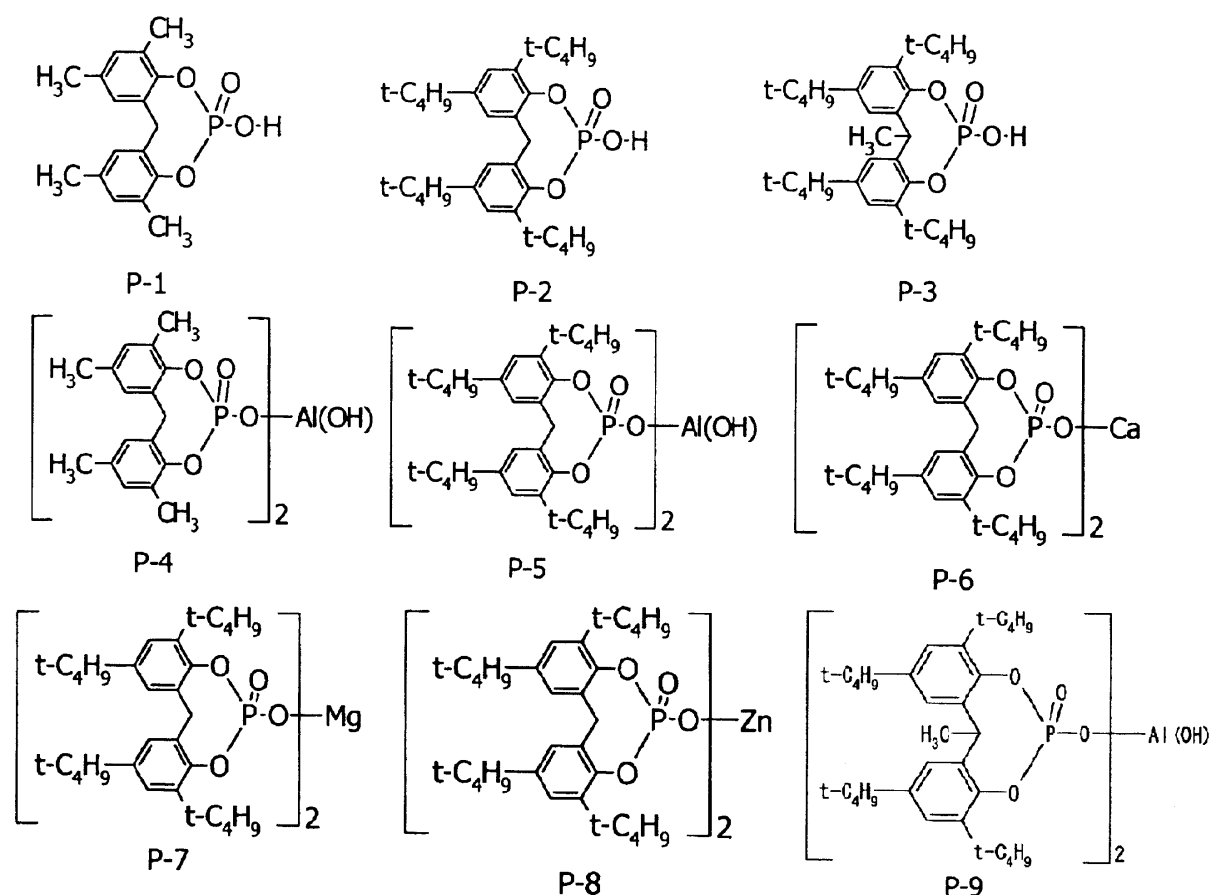
[00130] (em que, R¹ a R⁴ cada representa independentemente um átomo de hidrogênio ou um grupo de alquila que tem de 1 a 9 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente; R⁵ representa um átomo de hidrogênio ou um grupo de metila; m representa 1 ou 2; quando m for 1, M¹ representa um átomo de hidrogênio; e, quando m for 2, M¹ representa um elemento do Grupo II, Al(OH) ou Zn).

[00131] Exemplos do grupo de alquila que tem de 1 a 9 átomos de carbono que são representados por R¹, R², R³ e R⁴ na Fórmula (1) incluem um grupo de metila, um grupo de etila, um grupo de propila, um grupo de isopropila, um grupo de butila, um grupo de sec-butila, um grupo de ter-butila, um grupo de isobutila, um grupo de amila, um grupo de isoamila, um grupo de ter-amila, um grupo de hexila, um grupo de ciclohexila, um grupo de heptila, um grupo de isoheptila, e

um grupo de ter-heptila. Dentre eles, o grupo de alquila que tem de 1 a 9 átomos de carbono é particularmente preferível um grupo de metila, um grupo de ter-butila ou um grupo de ter-heptila.

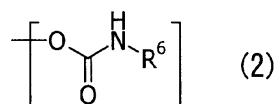
[00132] Exemplos do elemento do Grupo II representados por M^1 na Fórmula (1) incluem berílio, magnésio, cálcio, estrôncio, bário e rádio. Dentre eles, o elemento do Grupo II é preferível magnésio ou cálcio pois um dito componente de nucleação mostra proeminente efeito de nucleação.

[00133] Exemplos do componente de nucleação usados na presente invenção também incluem os seguintes compostos. No entanto, a presente invenção não está restrita a eles.



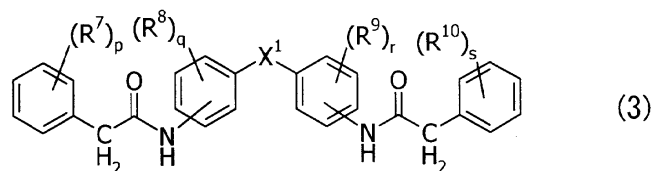
[00134] Exemplos dos compostos de amida acima descritos na presente invenção incluem compostos que tenham uma estrutura na qual quatro ou mais estruturas de carbamato

representadas pela seguinte Fórmula (2) estão conectadas via um grupo de hidrocarboneto que tem de 1 a 10 átomos de carbono;



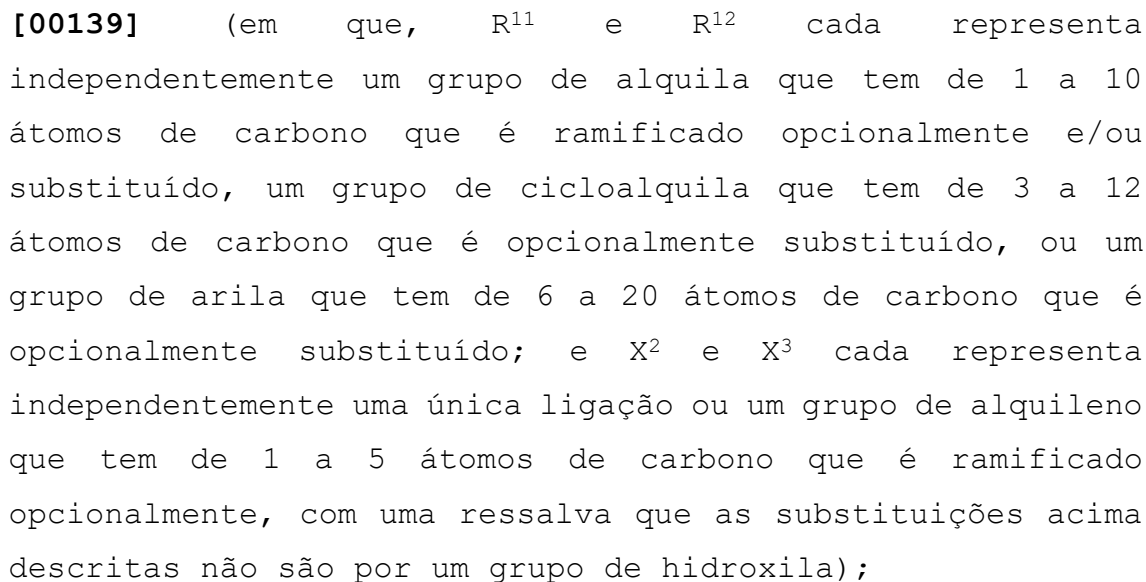
[00135] (em que, R^6 representa um átomo de hidrogênio, um grupo de alquila que tem de 1 a 12 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e/ou substituído, um grupo de cicloalquila que tem de 3 a 12 átomos de carbono que é opcionalmente substituído, ou um grupo de arila que tem de 6 a 20 átomos de carbono que é opcionalmente substituído; e o R^6 plural pode ser diferente entre si);

[00136] compostos representados pela seguinte Fórmula (3):



[00137] (em que, X^1 representa um grupo de alquilenos que tem de 1 a 5 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente; R^7 a R^{10} cada representa independentemente um selecionado a partir do grupo que consiste de um átomo de halogênio, um grupo de alquila que tem de 1 a 4 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e/ou ramificado e um grupo de alcoxí que tem de 1 a 4 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e/ou ramificado; e p , q , r e s cada representa independentemente um número inteiro de 0 a 3 (com uma ressalva que p e s não são 0));

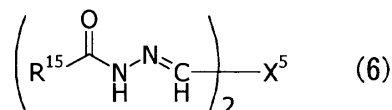
[00138] compostos representados pela seguinte Fórmula (4):


$$\left(\begin{array}{c} \text{R}^{13} \\ \text{N} \\ \text{R}^{14} \end{array} \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{NH} \end{array} \right)_2 \text{X}^4 \quad (5)$$

[00141] (em que, R^{13} e R^{14} cada representa independentemente um átomo de hidrogênio, um grupo de alquila que tem de 1 a 12 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e/ou substituído, um grupo de cicloalquila que tem de 3 a 12 átomos de carbono que é opcionalmente substituído, ou um grupo de arila que tem de 6 a 20 átomos de carbono que é opcionalmente substituído; e X^4 representa um grupo de alquileno que tem de 1 a 10 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e/ou substituído, um grupo de cicloalquileno que tem de 3 a 12 átomos de carbono que é opcionalmente substituído, ou um grupo de arileno que tem de 6 a 20 átomos de carbono que é opcionalmente substituído, em

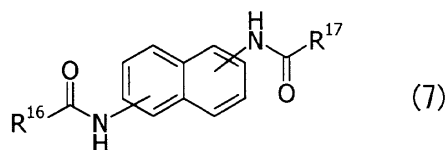
que R¹³ e R¹⁴ estão opcionalmente ligados entre si para formar uma estrutura de anel condensado);

[00142] compostos representados pela seguinte Fórmula (6):



[00143] (em que, R¹⁵ representa um átomo de hidrogênio, um grupo de alquila que tem de 1 a 12 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e/ou substituído, um grupo de cicloalquila que tem de 3 a 12 átomos de carbono que é opcionalmente substituído, ou um grupo de arila que tem de 6 a 20 átomos de carbono que é opcionalmente substituído; e X⁵ representa um grupo de alquilenos que tem de 1 a 10 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e/ou substituído, um grupo de cicloalquileno que tem de 3 a 12 átomos de carbono que é opcionalmente substituído, ou um grupo de arileno que tem de 6 a 20 átomos de carbono que é opcionalmente substituído);

[00144] compostos representados pela seguinte Fórmula (7):



[00145] (em que, R¹⁶ e R¹⁷ cada representa independentemente um grupo de alquila que tem de 1 a 6 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente); e compostos de amida de ácidos graxos.

[00146] O grupo de hidrocarboneto que tem de 1 a 10 átomos de carbono através dos quais as estruturas de carbamato representadas pela Fórmula acima descrita (2) estão

conectadas se refere a um grupo funcional constituído por um(uns) átomo(s) de carbono e átomos de hidrogênio. A estrutura molecular dos mesmos pode ser de, por exemplo, um alcano, um alceno, um cicloalcano ou um hidrocarboneto aromático, e pelo menos quatro átomos de hidrogênio do grupo de hidrocarboneto são substituídos pelas estruturas de carbamato. O grupo de hidrocarboneto acima descrito é opcionalmente interrompido por um átomo de oxigênio, um átomo de enxofre, um grupo de carbonila, um grupo de éster, um grupo de amida, um grupo de imino ou um grupo de arila, e os átomos de hidrogênio do grupo de hidrocarboneto são também opcionalmente substituídos por qualquer um dos substituintes abaixo descritos. Essas interrupções ou substituições podem existir combinadas também.

[00147] Exemplos do grupo de alquila que têm de 1 a 12 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e representado por R^6 na Fórmula acima descrita (2) incluem um grupo de metila, um grupo de etila, um grupo de propila, um grupo de isopropila, um grupo de butila, um grupo de sec-butila, um grupo de ter-butila, um grupo de isobutila, um grupo de pentila, um grupo de isopentila, um grupo de ter-pentila, um grupo de hexila, um grupo de 2-hexila, um grupo de 3-hexila, um grupo de heptila, um grupo de 2-hexila, um grupo de 3-heptila, um grupo de isoheptila, um grupo de ter-heptila, um grupo de n-octila, um grupo de isooctila, um grupo de ter-octila, um grupo de nonila, um grupo de isononila, um grupo de decila, um grupo de undecila, e um grupo de dodecila. Dentre eles, um grupo de hexila e um grupo de octila são preferidos.

[00148] Esses grupos de alquila são opcionalmente interrompidos por um átomo de oxigênio, um átomo de enxofre, um grupo de carbonila, um grupo de éster, um grupo de amida, um grupo de imino ou por qualquer um dos grupos de arila

descritos abaixo, e os átomos de hidrogênio do grupo de alquilas são também opcionalmente substituídos por qualquer um dos substituintes abaixo descritos. Essas interrupções ou substituições podem existir combinadas também.

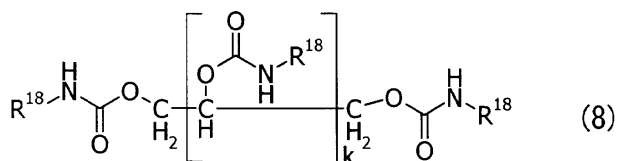
[00149] Exemplos de um substituinte que podem estar contidos no grupo de alquila na Fórmula acima descrita (2) incluem um grupo de hidroxila, um átomo de halogênio, um grupo de amino, um grupo de nitro, um grupo de ciano, um grupo de cadeia alifática tal como um grupo de alquenila, um grupo de alqueniloxi, um grupo de alcanoiloxi ou um grupo de alcóxicarbonila, pirrol, furano, tiofeno, imidazol, piridina, piridazina, pirimidina, pirazina, piperidina, morfolina, 2H-pirano, 4H-pirano, fenil, bifenil, trifenil, naftaleno, antraceno, pirrolidina, pirindina, indolina, indol, isoindol, indazol, purina, quinolizina, quinolina, isoquinolina, e um grupo alifático cíclico tal como um grupo de cicloalquila.

[00150] Exemplos do grupo de cicloalquila que tem de 3 a 12 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e representado por R^6 na Fórmula acima descrita (2) incluem um grupo de ciclopropila, um grupo de ciclopentila, um grupo de ciclohexila, um grupo de cicloheptila, um grupo de ciclooctila, um grupo de ciclonoila e um grupo de ciclodecila, dentre os quais grupo de ciclohexila é preferido. Os átomos de hidrogênio do grupo de cicloalquila são opcionalmente substituído por um grupo de hidroxil, um átomo de halogênio, um grupo de alquila, um grupo de alcóxi, um grupo de alquenila, um grupo de alqueniloxi, um grupo de alcóxicarbonila, um grupo de alcanoiloxi, um grupo de alcóxicarbonila, um grupo de nitrila ou um grupo de ciano.

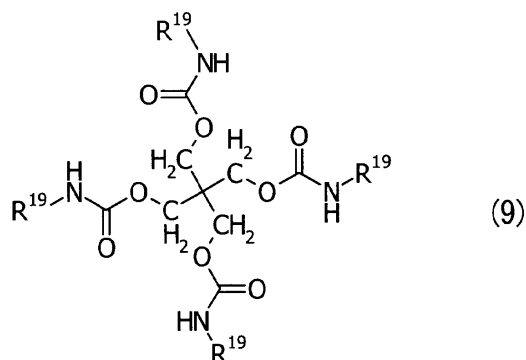
[00151] No grupo de arila que tem de 6 a 20 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e representado por R^6 na Fórmula acima descrita (2), os átomos de hidrogênio

são opcionalmente substituídos por um átomo de halogênio, um grupo de nitro, um grupo de ciano, um grupo de alquila, um grupo de alcoxí, um grupo de alquênila, um grupo de alquênilo, um grupo de alcoxialquila, um grupo de alcanoi, ou um grupo de alcóxicarbonila. Exemplos do dito grupo de arila incluem um grupo de fenila, a grupo de 3,4,5-trimetoxi de fenila, um grupo de 4-ter-butil de fenila, a grupo de bifenila, um grupo de naftila, um grupo de metilnaftila, um grupo de antracenila e um grupo de fenantrila, dentre os quais o grupo de fenila é preferido.

[00152] Dentre os compostos representados pela Fórmula acima descrita (2), um composto representado pela seguinte Fórmula (8):

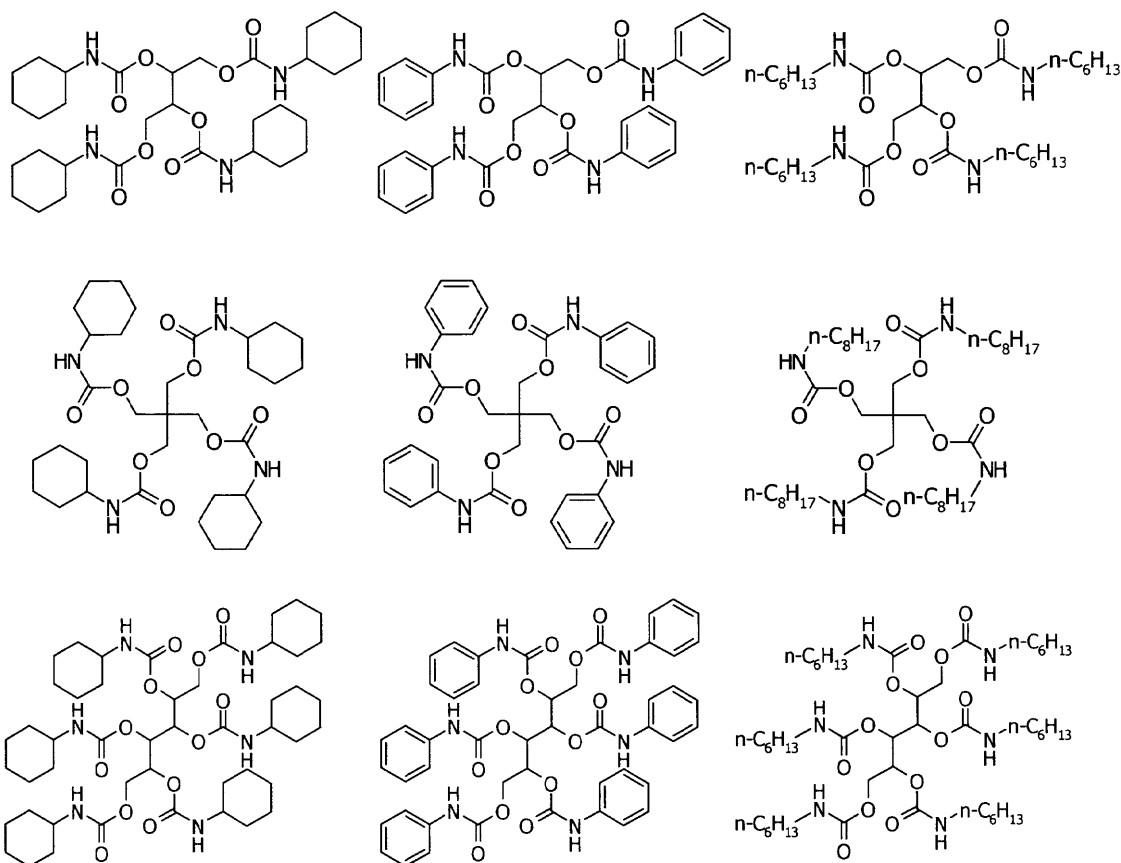


[00153] (em que, R^{18} é o mesmo que R^6 na Fórmula (2); k representa um número inteiro de 2 a 10; e o R^{18} plural pode ser diferente entre si), ou um composto representado pela seguinte Fórmula (9):



[00154] (em que, R^{19} é o mesmo que R^6 na Fórmula (2); e o R^{19} plural pode ser diferente entre si) pode ser preferivelmente usado.

[00155] Exemplos específicos da estrutura do composto representado pela Fórmula acima descrita (2) na presente invenção incluem aqueles dos seguintes compostos. No entanto, a presente invenção não está restrita a eles sob qualquer forma.



[00156] Exemplos do grupo de alquilenos que tem de 1 a 5 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e representado por X¹ na Fórmula acima descrita (3) incluem um grupo de metileno, um grupo de etileno, um grupo de propileno, um grupo de butileno, um grupo de isobutileno e um grupo de pentileno. Nesses grupos de alquilenos, -CH₂- é opcionalmente substituído por -O-, -CO-, -COO- or -OCO-, e os átomos de hidrogênio são opcionalmente substituídos por um átomo de halogênio, um grupo de alquenila, um grupo de alqueniloxi, um grupo de alcanoiloxi, um grupo de

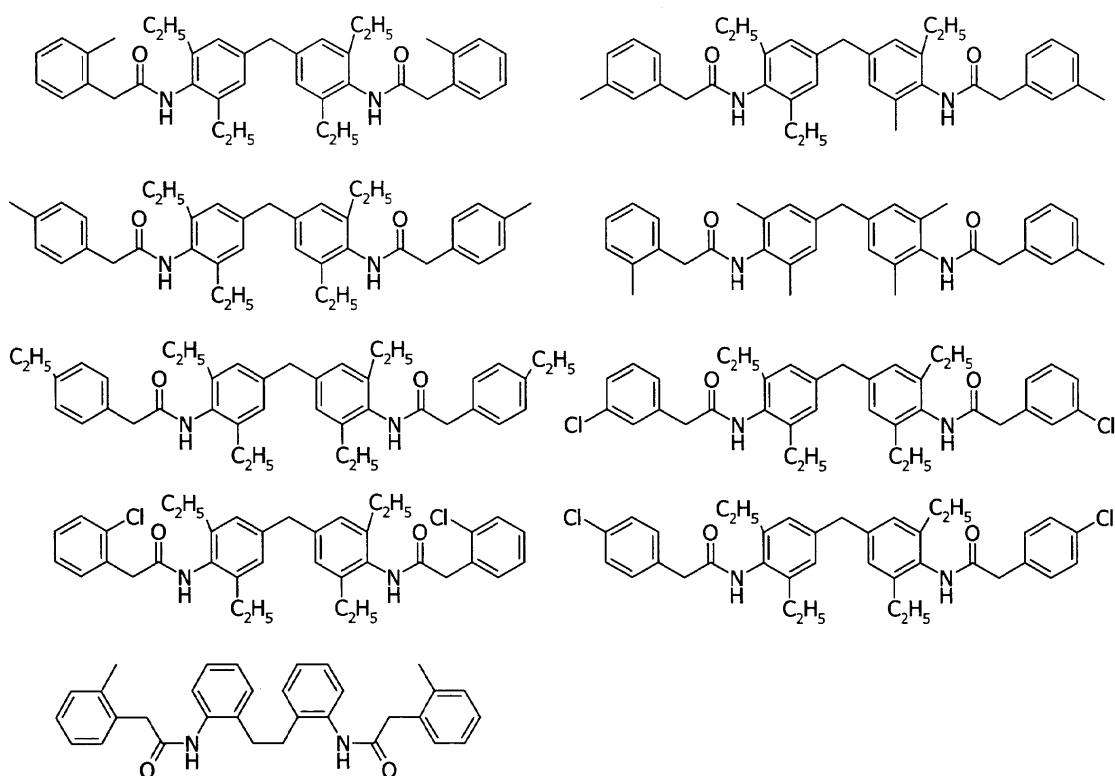
alcoxicarbonila, um grupo de nitro, um grupo de ciano, um grupo de arila ou um anel alifático saturado.

[00157] Exemplos do grupo de alquila que tem de 1 a 4 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e/ou ramificado e representado por R^7 a R^{10} na Fórmula acima descrita (3) incluem um grupo de metila, um grupo de etila, um grupo de propila, um grupo de isopropila, um grupo de butila e um grupo de ter-butila. Esses grupos de alquila são opcionalmente interrompidos por um átomo de oxigênio, um átomo de enxofre, um grupo de carbonila, um grupo de éster, um grupo de amida, um grupo de imino ou qualquer um dos grupos de arila descritos acima, e os átomos de hidrogênio do grupo de alquilas são também opcionalmente substituídos por qualquer um dos substituintes acima descritos. Essas interrupções ou substituições podem existir combinadas também.

[00158] Exemplos do grupo de alcoxi que tem de 1 a 4 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e/ou ramificado e representado por R^7 a R^{10} na Fórmula acima descrita (3) incluem um grupo de metoxi, um grupo de etoxi, um grupo de propoxi, um grupo de isopropoxi e um grupo de butoxi. Esses grupos de alcoxi são opcionalmente interrompidos por um átomo de oxigênio, um átomo de enxofre, um grupo de carbonila, um grupo de éster, um grupo de amida, um grupo de imino ou por qualquer um dos grupos de arila descritos acima, e os átomos de hidrogênio dos grupos de alcoxi são também opcionalmente substituídos por qualquer um dos substituintes acima descritos. Essas interrupções ou substituições podem existir combinadas também.

[00159] Exemplos específicos da estrutura do composto representado pela Fórmula acima descrita (3) na presente invenção incluem aqueles dos seguintes compostos. No

entanto, a presente invenção não está restrita a eles sob qualquer forma.



[00160] Dentre os compostos representados pela Fórmula acima descrita (3), um no qual R^7 e R^{10} estão em uma orto posição de cada anel de benzeno é usado preferencialmente.

[00161] Ademais, um composto no qual p e s são 1 e q e r são 2 na Fórmula (3) é usado preferencialmente.

[00162] Exemplos do grupo de alquila que tem de 1 a 10 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e/ou substituído e representado por R^{11} ou R^{12} na Fórmula acima descrita (4) incluem um grupo de metila, um grupo de etila, um grupo de propila, um grupo de isopropila, um grupo de butila, um grupo de sec-butila, um grupo de ter-butila, um grupo de isobutila, um grupo de pentila, um grupo de isopentila, um grupo de ter-pentila, um grupo de hexila, um grupo de 2-hexila, um grupo de 3-hexila, um grupo de heptila, um grupo de 2-heptila, um grupo de 3-heptila, um grupo de

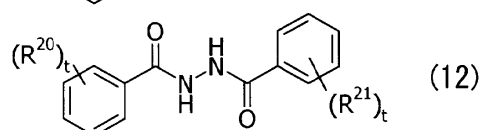
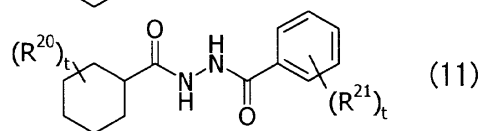
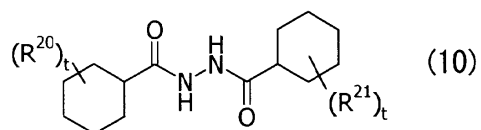
isoheptila, um grupo de ter-heptila, um grupo de n-octila, um grupo de isooctila, um grupo de ter-octila, um grupo de nonila, um grupo de isononila, e um grupo de decila. Esses grupos de alquila são opcionalmente interrompidos por um átomo de oxigênio, um átomo de enxofre, um grupo de carbonila, um grupo de éster, um grupo de amida, um grupo de imino ou qualquer um dos grupos de arila descritos acima, e os átomos de hidrogênio dos grupos de alquila são também opcionalmente substituídos por qualquer um dos substituintes acima descritos. Essas interrupções ou substituições podem existir combinadas também.

[00163] Exemplos do grupo de cicloalquila que tem de 3 a 12 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e representado por R^{11} ou R^{12} na Fórmula acima descrita (4) incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima para R^6 da Fórmula (2).

[00164] Exemplos do grupo de arila que tem de 6 a 20 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e representado por R^{11} ou R^{12} na Fórmula acima descrita (4) incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima para R^6 da Fórmula (2).

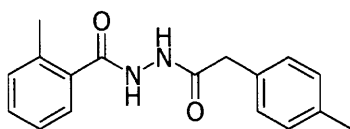
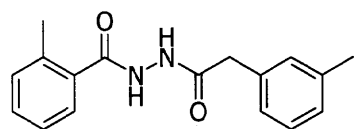
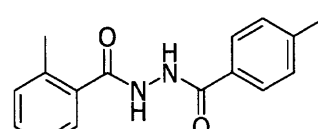
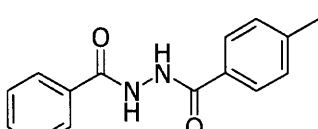
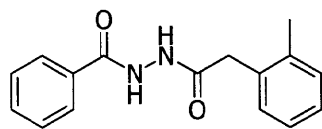
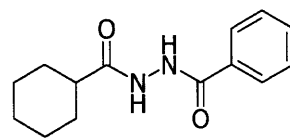
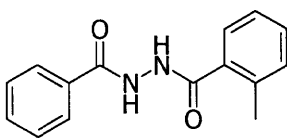
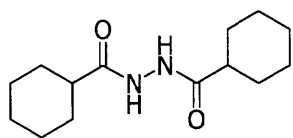
[00165] Exemplos do grupo de alquilenos que tem de 1 a 5 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e representado por X^2 ou X^3 na Fórmula acima descrita (4) incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima para X^1 da Fórmula (3).

[00166] Dentre os compostos representados pela Fórmula acima descrita (4), um composto representado por qualquer uma das seguintes fórmulas (10) a (12) pode ser preferivelmente usado:



[00167] (em que, R^{20} representa o mesmo grupo que R^{11} na Fórmula (4); R^{21} representa o mesmo grupo que R^{12} na Fórmula (4); e t representa 0 ou 1).

[00168] Exemplos específicos da estrutura do composto representado pela Fórmula acima descrita (4) na presente invenção incluem aqueles dos seguintes compostos. No entanto, a presente invenção não está restrita a eles sob qualquer forma.



[00169] Exemplos do grupo de alquila que tem de 1 a 12 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e representado por R^{13} e R^{14} na Fórmula (5) ou por R^{15} na Fórmula (6) incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima para R^6 da Fórmula (2).

[00170] Exemplos do grupo de cicloalquila que tem de 3 a 12 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e representado por R^{13} e R^{14} na Fórmula (5) ou por R^{15} na Fórmula (6) incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima para R^6 da Fórmula (2).

[00171] Exemplos do grupo de arila que tem de 6 a 20 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e representado por R^{13} e R^{14} na Fórmula (5) ou por R^{15} na Fórmula (6) incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima para R^6 da Fórmula (2).

[00172] Exemplos do grupo de alquilenos que tem de 1 a 10 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e/ou substituído e representado por X^4 e X^5 na Fórmula acima descrita (5) ou (6) incluem um grupo de metileno, um grupo de etileno, um grupo de propileno, um grupo de etileno de metila, um grupo de butileno, um grupo de 1-metilpropileno, um grupo de 2-metilpropileno, um grupo de 1,2-dimetilpropileno, um grupo de 1,3-dimetilpropileno, um grupo de 1-metilbutileno, um grupo de 2-metilbutileno, um grupo de 3-metilbutileno, um grupo de 1,3-dimetilbutileno, um grupo de pentileno, um grupo de hexileno, um grupo de heptileno, e um grupo de octileno. Esses grupos de alquilenos são opcionalmente interrompidos por um átomo de oxigênio, um átomo de enxofre, um grupo de carbonila, um grupo de éster, um grupo de amida, um grupo de imino ou por qualquer um dos grupos de arila descritos acima, e os átomos de hidrogênio do grupo de alquilenos são também opcionalmente substituídos por qualquer um dos substituintes acima descritos. Essas interrupções ou substituições podem existir combinadas também.

[00173] Exemplos do ciclogrupo de alquilenos que tem de 3 a 12 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e representado por X^4 e X^5 na Fórmula acima descrita (5) ou (6)

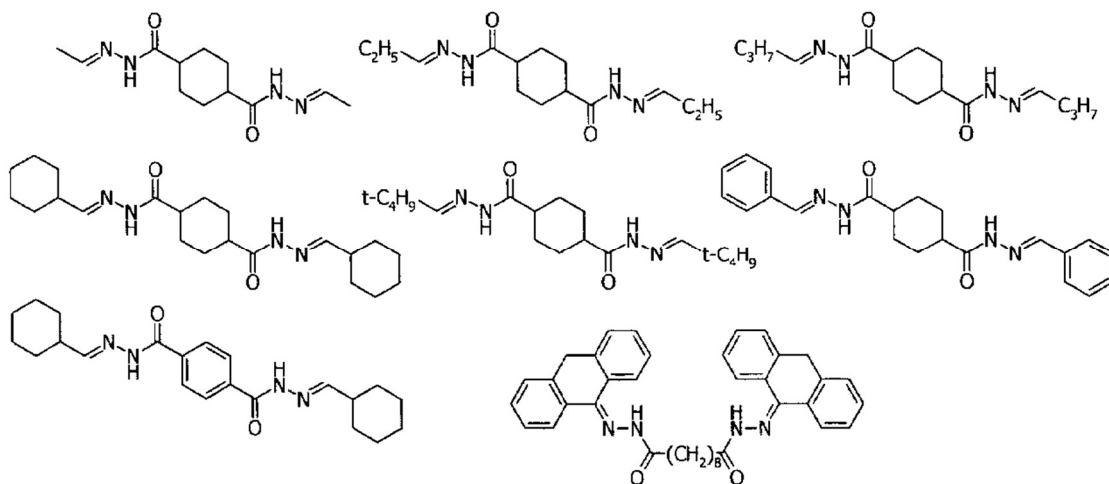
incluem um grupo de 1,2-ciclopropileno, um grupo de 1,3-cicloheptileno, e um grupo de trans-1,4-ciclohexileno. Os átomos de hidrogênio desses ciclogrupos de alquilenos são também opcionalmente substituídos por qualquer um dos substituintes acima descritos.

[00174] Exemplos do grupo de arileno que tem de 6 a 20 átomos de carbono que é opcionalmente substituído e representado por X^4 e X^5 na Fórmula acima descrita (5) ou (6) incluem um grupo de 1,4-fenileno, um grupo de 1,3-fenileno, um grupo de 1,5-naftileno, um grupo de 2,6-naftileno, um grupo de 2,6-fenileno, um grupo de 1,6-fenantreno, um grupo de 2,7-fenantreno, e um grupo de 2,6-antraceno. Os átomos de hidrogênio desses grupos de arileno são também opcionalmente substituídos por qualquer um dos substituintes acima descritos.

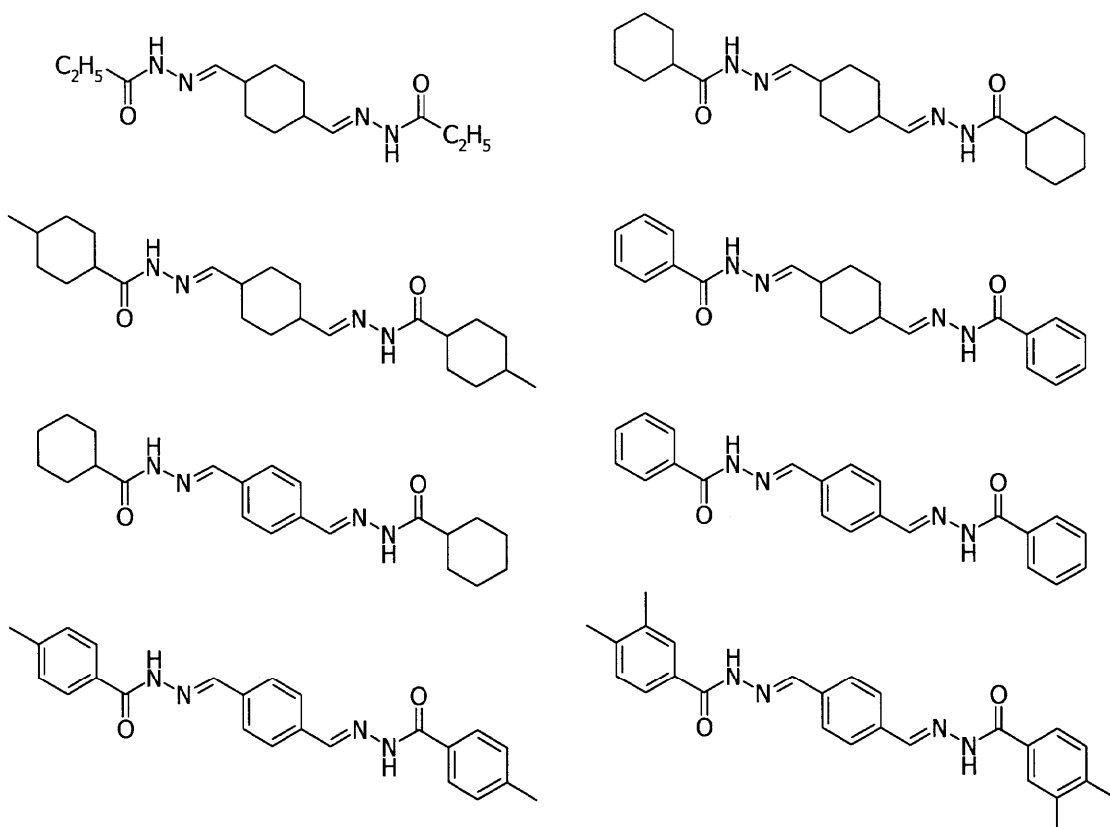
[00175] Quando R^{13} e R^{14} na Fórmula (5) ou R^{15} na Fórmula (6) for um grupo de alquila e o grupo de alquila tiver um grande número de átomos de carbono, apesar de um dito composto exibir ações e efeitos como um nucleador de um polímero de olefina, como a resistência ao calor do próprio composto é reduzida, o composto pode ser decomposto durante a moldagem do polímero de olefina para afetar de maneira adversa o artigo moldado resultante. Consequentemente, na presente invenção, o número dos átomos de carbono do grupo de alquila representado por R^{13} , R^{14} ou R^{15} é preferível na faixa de 1 a 8, particularmente preferível 1 a 5.

[00176] Exemplos específicos da estrutura do composto representado pela Fórmula acima descrita (5) na presente invenção incluem aqueles dos seguintes compostos. No

entanto, a presente invenção não está restrita a eles sob qualquer forma.

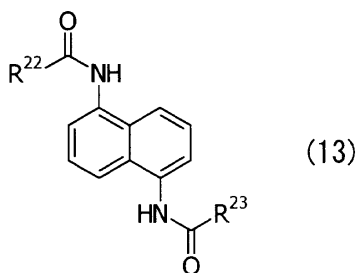


[00177] Exemplos específicos da estrutura do composto representados pela Fórmula acima descrita (6) na presente invenção incluem aqueles dos seguintes compostos. No entanto, a presente invenção não está restrita a eles sob qualquer forma.

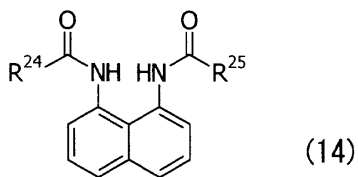


[00178] Exemplos do grupo de alquila que tem de 1 a 6 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e representado por R^{16} e R^{17} na Fórmula acima descrita (7) incluem um grupo de metila, um grupo de etila, um grupo de propila, um grupo de isopropila, um grupo de butila, um grupo de isobutila, um grupo de ter-butila, um grupo de pentila, um grupo de isopentila, um grupo de ter-pentila, um grupo de neopentila, um grupo de hexila, e um grupo de isohexila.

[00179] Dentre os compostos representados pela Fórmula acima descrita (7), um composto representado pela seguinte Fórmula (13):



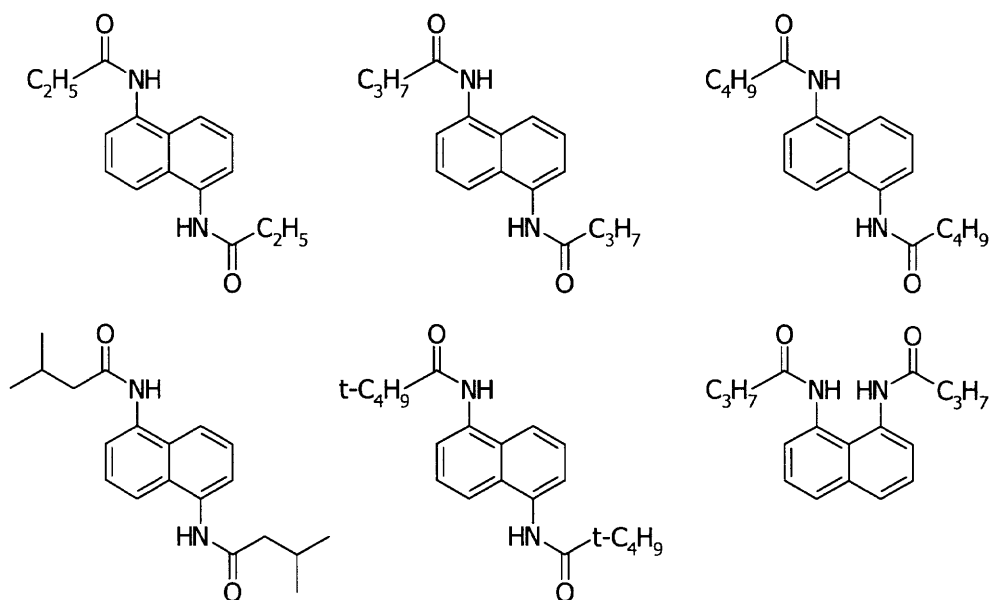
[00180] (em que, R^{22} representa o mesmo grupo que R^{16} na Fórmula (7); e R^{23} representa o mesmo grupo que R^{17} na Fórmula (7)), ou um composto representado pela seguinte Fórmula (14):



[00181] (em que, R^{24} representa o mesmo grupo que R^{16} na Fórmula (7); e R^{25} representa o mesmo grupo que R^{17} na Fórmula (7)) pode ser preferivelmente usado.

[00182] Exemplos específicos da estrutura do composto representado pela Fórmula acima descrita (7) na presente invenção incluem aqueles dos seguintes compostos. No

entanto, a presente invenção não está restrita a eles sob qualquer forma.



[00183] Exemplos dos compostos de amida de ácidos graxos acima descritos incluem etileno-bis-estearamida, etilenobis(12-hidroxiestearamida) e amida de ácido esteárico.

[00184] Ademais, os exemplos de compostos de amida diferentes dos acima descrito incluem ácido 1,2,3-propanotricarboxílico triciclohexilamida, ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(2-metilciclohexilamida), ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(3-metilciclohexilamida), ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(4-metilciclohexilamida), ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(2,3-dimetilciclohexilamida), ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(2-etilciclohexilamida), ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(3-etilciclohexilamida), ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(4-etilciclohexilamida), ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(2-n-propilciclohexilamida), ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(3-n-propilciclohexilamida), ácido

1,2,3-propanotricarboxílico tri(4-n-propilciclohexilamida),
 ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(2-
 isopropilciclohexilamida), ácido 1,2,3-
 propanotricarboxílico tri(3-isopropilciclohexilamida),
 ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(4-
 isopropilciclohexilamida), ácido 1,2,3-
 propanotricarboxílico tri(2-n-butilciclohexilamida), ácido
 1,2,3-propanotricarboxílico tri(3-n-butilciclohexilamida),
 ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(4-n-
 butilciclohexilamida), ácido 1,2,3-propanotricarboxílico
 tri(2-isobutilciclohexilamida), ácido 1,2,3-
 propanotricarboxílico tri(3-isobutilciclohexilamida), ácido
 1,2,3-propanotricarboxílico tri(4-isobutilciclohexilamida),
 ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(2-sec-
 butilciclohexilamida), ácido 1,2,3-propanotricarboxílico
 tri(3-sec-butilciclohexilamida), ácido 1,2,3-
 propanotricarboxílico tri(4-sec-butilciclohexilamida),
 ácido 1,2,3-propanotricarboxílico tri(2-ter-
 butilciclohexilamida), ácido 1,2,3-propanotricarboxílico
 tri(3-ter-butilciclohexilamida), ácido 1,2,3-
 propanotricarboxílico tri(4-ter-butilciclohexilamida),
 ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetraciclohexilamida,
 ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(2-
 metilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico
 tetra(3-metilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-
 butanotetracarboxílico tetra(4-metilciclohexilamida), ácido
 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(2-
 etilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico
 tetra(3-etilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-
 butanotetracarboxílico tetra(4-etilciclohexilamida), ácido
 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(2-n-
 propilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-
 butanotetracarboxílico tetra(3-n-propilciclohexilamida),

ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(4-n-propilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(2-isopropilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(3-isopropilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(4-isopropilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(2-n-butilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(3-n-butilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(4-n-butilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(2-isobutilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(3-isobutilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(4-isobutilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(2-sec-butilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(3-sec-butilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(4-sec-butilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(2-ter-butilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(3-ter-butilciclohexilamida), ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico tetra(4-ter-butilciclohexilamida), ácido 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(benzilamida), ácido 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(cicloheptilamida), ácido 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(3-metilciclohexilamida), ácido 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(3,4-dimetilfenilamida), ácido 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(ciclododecilamida), ácido 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(ter-octilamida), ácido 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(S(+)-1-ciclohexiletilamida), ácido 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(R(-)-1-ciclohexiletilamida), ácido 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(ciclooctilamida), ácido 1,3,5-

benzenotricarboxílico tris(2,3-dimetilciclohexilamida),
 ácido 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(ciclooctilamida),
 ácido 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(n-butilamida), ácido
 1,3,5-benzenotricarboxílico tris(1,1,3,3-
 tetrametilbutilamida), e benzeno 1,3,5-tris(2,2-
 dimetilpropionamida).

[00185] A quantidade do componente de nucleação acima descrito a ser usado está na faixa preferível de 0,05 a 20 partes em massa, mais preferível de 0,1 a 5 partes em massa, com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pelo método de produção da presente invenção. Quando a quantidade do componente de nucleação é menor do que 0,05 partes em massa, a razão do nucleador no masterbatch resultante é baixa; portanto, a fim de transmitir a resina de olefina com um desempenho desejado, é necessário adicionar uma grande quantidade de um masterbatch de nucleação obtido na presente invenção, que não é econômico. Enquanto isso, é possível adicionar 20 partes em massa ou mais do componente de nucleação; no entanto, quando a quantidade for maior do que 20 partes em massa, uma grande quantidade de um composto de organoalumínio precisa ser adicionada a fim de dissolver o componente de nucleação, que não é econômico, e o composto de organoalumínio pode permanecer no polímero de olefina resultante.

[00186] No método de produção da presente invenção, o componente de nucleação acima descrito dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um organoalumínio e um solvente orgânico é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina. O local da adição não está particularmente restrito e o componente de nucleação pode ser adicionado a qualquer um de, por exemplo, um sistema de polimerização, um sistema de catalisador e um tubulação.

[00187] Nos casos em que o componente de nucleação acima descrito é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina, o componente de nucleação pode ser misturado com um composto de organoalumínio, ou o componente de nucleação pode ser dispersado em um solvente orgânico e um composto de organoalumínio é então adicionado nele para dissolver o componente de nucleação. Acredita-se que o componente de nucleação é mascarado desta forma com o composto de organoalumínio.

[00188] Como o composto de organoalumínio acima descrito, por exemplo, um alquilalumínio ou hidreto de alquilalumínio pode ser usado, e um alquilalumínio é preferido. O composto de organoalumínio é particularmente preferível um trialquilalumínio, e exemplos específicos dos mesmos incluem trimetilalumínio, trietilalumínio, tri-n-propilalumínio, triisobutilalumínio, tri-n-hexilalumínio e tri-n-octilalumínio. Todos esses compostos de organoalumínio podem ser usados na forma de uma mistura. Além disso, aluminoxano obtido pela reação entre um alquilalumínio ou hidreto de alquilalumínio e água pode também ser usado da mesma maneira.

[00189] No método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a presente invenção, um dito composto de organoalumínio que permite que o componente de nucleação mascarado com o composto de organoalumínio seja regenerado por um tratamento com um composto doador de hidrogênio tal como água, um álcool ou um ácido é usado preferencialmente.

[00190] A razão de mistura do componente de nucleação acima descrito e o composto de organoalumínio preferível é de 1/1.000 a 1/0,3 em termos da razão molar entre o componente de nucleação e do teor de alumínio do composto de organoalumínio. Quando a razão do componente de nucleação é maior do que 1./0,3, componente de nucleação excessivo pode afetar de maneira adversa a atividade de polimerização de

olefina, ao passo que quando a razão do componente de nucleação é menor do que 1/1.000, o composto de organoalumínio pode permanecer no polímero de olefina resultante após a polimerização para causar uma redução nas propriedades físicas do polímero de olefina e afetar de maneira adversa um componente de metal catalisador, de modo que a polimerização não possa ser desempenhada conforme desejado.

[00191] Exemplos do solvente orgânico acima descrito incluem compostos de hidrocarboneto aromáticos e alifáticos. Exemplos dos compostos de hidrocarboneto alifáticos incluem compostos de hidrocarboneto saturados tal como n-pentano, n-hexano, n-heptano, n-octano, isooctano e querosene refinada; e compostos de hidrocarboneto saturados cíclicos tal como ciclopentano, ciclohexano e cicloheptano. Exemplos dos compostos de hidrocarboneto aromáticos incluem benzeno, tolueno, etilbenzeno e xileno. Esses solventes orgânicos podem ser usados individualmente, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados combinados.

[00192] Dentre esses solventes orgânicos, n-hexano ou n-heptano é usado preferencialmente. A concentração do composto de organoalumínio no solvente orgânico está na faixa preferível de 0,001 a 0,5 mol/l, particularmente preferível de 0,01 a 0,1 mol/l.

[00193] Exemplos do monômero de olefina usados na presente invenção incluem etileno, propileno, 1-buteno, 1-hexeno, 3-metil-1-buteno, 3-metil-1-penteno, 4-metil-1-penteno, vinilcicloalcano, estireno, e derivados desses monômeros.

[00194] O método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a presente invenção está caracterizado por compreender a etapa de polimerizar o monômero de olefina acima descrito com um fornecimento de um

nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico antes ou durante a polimerização do monômero de olefina. A razão do monômero de olefina e do componente de nucleação é ajustada de modo que a quantidade do componente de nucleação se torne 0,05 a 20 partes em massa com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização do monômero de olefina.

[00195] Como um método de ajustar a quantidade do componente de nucleação com relação ao polímero de olefina para estar na faixa acima descrita, um método no qual a atividade de polimerização de um caso em que a polimerização é realizada sem adicionar o componente de nucleação é determinado e a polimerização é realizada sob as mesmas condições como no caso em que o componente de nucleação não é adicionado, porém com uma adição de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico de modo que a quantidade desejada do componente de nucleação é misturada no polímero resultante, pode ser empregada. Alternativamente, um instrumento para ajustar a quantidade de cada componente a ser adicionado pode ser introduzido em um equipamento de polimerização e a polimerização pode ser realizada enquanto ajusta a quantidade misturada do componente de nucleação para estar na faixa acima descrita.

[00196] Na presente invenção, um polímero de olefina é obtido pela homopolimerização do monômero de olefina acima descrito ou por copolimerização incluindo o monômero de olefina, e exemplos do polímero de olefina incluem polipropilenos, tal como homopolímeros de propileno, copolímeros de propileno e uma(s) α -olefina(s) além do propileno (e.g., copolímeros de etileno-propileno e

copolímeros de etileno-propileno-butenos); polietilenos tal como polietilenos de alta densidade; e cicloolefinas.

[00197] A polimerização do monômero de olefina pode ser desempenhada na presença de um catalisador de polimerização em uma atmosfera de gás inerte tal como nitrogênio; no entanto, ele também pode ser desempenhado no solvente orgânico acima descrito. Ademais, um composto de hidrogênio ativo, uma portadora de partícula, um composto de organoalumínio, um composto de camada de íon permutável e/ou um silicato inorgânico pode ser adicionado em tal quantidade que não inibe a polimerização.

[00198] Na presente invenção, o catalisador de polimerização acima descrito não está particularmente restrito, e qualquer catalisador de polimerização conhecido pode ser usado. Exemplos dos mesmos incluem compostos de metais de transição que pertencem a qualquer um dos grupos 3 a 11 da tabela periódica (tal como titânio, zircônio, háfnio, vanádio, ferro, níquel, chumbo, platina, ítrio e samário), e os exemplos representativos de catalisador de polimerização que podem ser usados incluem catalisadores Ziegler; catalisadores Ziegler-Natta compostos por um componente de metal de transição sólido que contém titânio e um componente de metal orgânico; catalisadores de metalloceno compostos por um composto de metal de transição que pertence a qualquer um dos grupos 4 a 6 da tabela periódica, que tem pelo menos um esqueleto de ciclopentadienila, e um componente de co-catalisador; e catalisadores à base de cromo.

[00199] Na presente invenção, o método de polimerizar o monômero de olefina não está particularmente restrito, e qualquer método conhecido pode ser empregado. Exemplos dos mesmos incluem um método de polimerização de pasta aquosa no qual a polimerização é realizada em um solvente inerte tal

como um hidrocarboneto alifático (e.g., butano, pentano, hexano, heptano ou isooctano), um hidrocarboneto alicíclico (e.g., ciclopentano, ciclohexano ou metilciclohexano), um hidrocarboneto aromático (e.g. tolueno, xileno ou etilbenzeno), uma fração de gasolina ou uma fração de diesel hidrogenado; um método de polimerização de fase gasosa no qual a polimerização é realizada em uma fase gasosa; um método de polimerização a granel no qual o próprio monômero de olefina é usado como um solvente; um método de polimerização de solução no qual um polímero é gerado em uma forma líquida; um método de polimerização que combina esses métodos; um método para produzir um homopolímero de olefina por polimerização do monômero de olefina em uma etapa única ou em etapas únicas; e um método de polimerização no qual um copolímero é produzido por copolimerização do propileno com pelo menos uma unidade de olefina (excluindo propileno) selecionado a partir do grupo que consiste de unidades de olefina que tem de 2 a 12 átomos de carbono. Ademais, esses métodos de produção podem ser usados independentemente de serem um tipo de lote ou um tipo contínuo.

[00200] Como um instrumento de polimerização a ser usado no método de polimerização acima descrito, um instrumento de reação contínua provido em um equipamento de polimerização existente pode ser usado como ele é, e a presente invenção não está particularmente restrita pelo tamanho, formato, material e similares do equipamento de polimerização convencional.

[00201] Na presente invenção, no momento de polimerizar o monômero de olefina, conforme necessário, outro(s) aditivo(s) normalmente usado(s) em uma resina de olefina pode(m) ser ademais adicionado(s) em uma dita faixa que não afete de maneira adversa a polimerização. Nos casos em que dito(s) outro(s) aditivo(s) é/são adicionado(s) no momento

de polimerização do monômero de olefina, os aditivo(s) podem ser misturados e agitados com o nucleador e o composto de organoalumínio. Na reação por esse método, nos casos em que um composto produzido como um subproduto não afeta o produto de polimerização resultante, o(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) como são; no entanto, nos casos em que o composto do subproduto afeta de maneira adversa o produto de polimerização, é preferido remover o composto por destilação a vácuo ou similares antes de utilizar o(s) aditivo(s). Alternativamente, outro(s) aditivo(s) pode(m) ser misturados após a polimerização de olefina.

[00202] Ademais, mesmo se uma adição direta de outro(s) aditivo(s) afetar de maneira adversa a polimerização, desde que o efeito sobre a polimerização possa ser suprimido mascarando com um composto de organoalumínio, dito(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) no método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a presente invenção.

[00203] Exemplos dos outros aditivos acima descritos incluem um antioxidante fenólico, um antioxidante à base de fósforo, um antioxidante à base de tioéter, um absorvente ultravioleta, um composto de amina impedida, um inativador de metal pesado, um agente de nucleação, um retardador de chama, um sabão metálico (carboxilato alifático de metal), uma hidrotalcita, uma carga, um lubrificante, um agente antiestático, um pigmento, um corante, e um um plastificante.

[00204] Exemplos do antioxidante fenólico incluem 2,6-di-ter-butil-4-etilfenol, 2-ter-butil-4,6-dimetilfenol, fenol estirenado, 2,2'-metileno-bis(4-etil-6-ter-butilfenol), 2,2'-tiobis-(6-ter-butil-4-metilfenol), 2,2'-tiodietileno-bis[3-(3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propionato], 2-metil-4,6-bis(octilsulfanilmetil)fenol, 2,2'-isobutilideno-bis(4,6-dimetilfenol), iso-octil-3-(3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propionato, N,N'-hexano-1,6-diilbis[3-(3,5-di-

ter-butil-4-hidroxifenil)propionamida, 2,2'-oxamida-
 bis[etil-3-(3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propionato], 2-
 etilhexil-3-(3',5'-di-ter-butil-4'-hidroxifenil)propionato,
 2,2'-etileno-bis(4,6-di-ter-butilfenol), ésteres de ácido
 3,5-bis(1,1-dimetiletil)-4-hidroxi-benzenopropanóico e um
 alquila C13-15, 2,5-di-ter-amilhidroquinona, polímero de
 fenol impedido (AO.OH998, fabricado por ADEKA Palmarole
 SAS), 2,2'-metileno-bis[6-(1-metilciclohexil)-p-cresol],
 acrilato 2-ter-butil-6-(3-ter-butil-2-hidroxi-5-
 metilbenzil)-4-metilfenil, acrilato 2-[1-(2-hidroxi-3,5-di-
 ter-pentilfenil)etil]-4,6-di-ter-pentilfenil, 6-[3-(3-ter-
 butil-4-hidroxi-5-metil)propoxi]-2,4,8,10-tetra-ter-
 butilbenzo[d,f][1,3,2]-dioxafosfepina, hexametileno-bis[3-
 (3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propionato, cálcio
 bis[monoetil(3,5-di-ter-butil-4-hidroxibenzil)fosfonato, um
 produto de reação entre 5,7-bis(1,1-dimetiletil)-3-hidroxi-
 2(3H)-benzofuranona e o-xileno, 2,6-di-ter-butil-4-(4,6-
 bis(octiltio)-1,3,5-triazina-2-ilamino)fenol, DL-a-
 tocofenol (vitamina E), 2,6-bis(α-metilbenzil)-4-
 metilfenol, bis[3,3-bis-(4'-hidroxi-3'-ter-butil-
 fenil)ácido butírico]glicol éster, 2,6-di-ter-butil-p-
 cresol, 2,6-difenil-4-octadeciloxifenol, estearil(3,5-di-
 ter-butil-4-hidroxifenil)propionato, diestearil(3,5-di-ter-
 butil-4-hidroxibenzil)fosfonato, tridecil-3,5-di-ter-butil-
 4-hidroxibenzil tioacetato, tiodietileno-bis[(3,5-di-ter-
 butil-4-hidroxifenil)propionato], 4,4'-tiobis(6-ter-butil-
 m-cresol), 2-octiltio-4,6-di(3,5-di-ter-butil-4-
 hidroxifenoxi)-s-triazina, 2,2'-metileno-bis(4-metil-6-ter-
 butilfenol), bis[3,3-bis(4-hidroxi-3-ter-butilfenil)ácido
 butírico]glicol éster, 4,4'-butilideno-bis(2,6-di-ter-
 butilfenol), 4,4'-butilideno-bis(6-ter-butil-3-metilfenol),
 2,2'-etilideno-bis(4,6-di-ter-butilfenol), 1,1,3-tris(2-
 metil-4-hidroxi-5-ter-butilfenil)butano, bis[2-ter-butil-4-

metil-6-(2-hidroxi-3-ter-butil-5-metilbenzil)fenil]tereftalato, 1,3,5-tris(2,6-dimetil-3-hidroxi-4-ter-butilbenzil)isocianurato, 1,3,5-tris(3,5-di-ter-butil-4-hidroxibenzil)isocianurato, 1,3,5-tris(3,5-di-ter-butil-4-hidroxibenzil)-2,4,6-trimetilbenzeno, 1,3,5-tris[(3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propioniloxietil]isocianurato, tetraquis[metileno-3-(3',5'-di-ter-butil-4'-hidroxifenil)propionato]metano, 2-ter-butil-4-metil-6-(2-acrilóiloxi-3-ter-butil-5-metilbenzil)fenol, 3,9-bis[2-(3-ter-butil-4-hidroxi-5-metilhidrocinamoiloxi)-1,1-dimetiletil]-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5.5]undecano e trietileno glicol-bis[β -(3-ter-butil-4-hidroxi-5-metilfenil)propionato], bem como derivados de ácido 3-(3,5-dialquil-4-hidroxifenil)propiônico tal como amida de ácido estearil-3-(3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propiônico, amida de ácido palmitil-3-(3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propiônico, amida de ácido miristil-3-(3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propiônico e amida de ácido lauril-3-(3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propiônico.

[00205] Exemplos do antioxidante à base de fósforo acima descrito incluem fosfito de trifenila, fosfito de diisooctila, trifosfito de heptaquis, fosfito de triisodecila, fosfito de isooctil difenila, fosfito de fenil diisooctila, fosfito de tridecil difenila, fosfito de triisooctila, fosfito de trilauril, fosfito de difenila, fosfito tris(dipropileno glicol), difosfito de pentaeritritol diisodecila, fosfito de hidrogênio dioleila, tritiofosfito de trilauril, bis(tridecil)fosfito, tris(isodecil)fosfito, tris(tridecil)fosfito, fosfito de difenildecila, dinonilfenil-bis(nonilfenil)fosfito, fosfito poli(dipropileno glicol)fenil, difosfito de glicol tetrafenildipropila, fosfito de trisnonilfenila, tris(2,4-

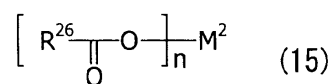
di-ter-butilfenil) fosfito, tris(2,4-di-ter-butil-5-metilfenil) fosfito, tris[2-ter-butil-4-(3-ter-butil-4-hidroxi-5-metilfenil)-5-metilfenil] fosfito, fosfito de tridecila, octilfosfito de difenila, di(decil)monofenil fosfito, difosfito pentaeritritol de diestearila, uma mistura de pentaeritritol de diestearila e estearato de cálcio, alquil(C10) bisfenol-A fosfito, difosfito di(tridecil)pentaeritritol, difosfito di(nonilfenil)pentaeritritol, difosfito bis(2,4-di-ter-butilfenil)pentaeritritol, difosfito bis(2,6-di-ter-butil-4-metilfenil)pentaeritritol, difosfito bis(2,4,6-tri-ter-butilfenil)pentaeritritol, difosfito bis(2,4-dicumilfenil)pentaeritritol, tetrafosfito tetrafenil-tetra(tridecil)pentaeritritol, fosfito bis(2,4-di-ter-butil-6-metilfenil)etila, difosfito tetra(tridecil)isopropilideno difenol, difosfito tetra(tridecil)-4,4'-n-butilideno-bis(2-ter-butil-5-metilfenol), trifosfito hexa(tridecil)-1,1,3-tris(2-metil-4-hidroxi-5-ter-butilfenil)butano, difosfonita tetraquis(2,4-di-ter-butilfenil)bifenileno, 9,10-dihidro-9-oxa-10-fosfafenantreno-10-óxido, hexafosfito (1-metil-1-propanil-3-ilideno)-tris(2-1,1-dimetiletil)-5-metil-4,1-fenileno)de tridecila, fosfito 2,2'-metileno-bis(4,6-ter-butilfenil)-2-etilhexil, fosfito 2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil)-octadecil, flúorfosfito 2,2'-etilideno-bis(4,6-di-ter-butilfenil), fosfito 4,4'-butilideno-bis(3-metil-6-ter-butilfenil)ditridecil, amina tris(2-[(2,4,8,10-tetraquis-ter-butildibenzo[d,f][1,3,2]dioxafosfepina-6-il)oxi]etil), 3,9-bis(4-nonilfenoxi)-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-difosfaspiro[5,5]undecano, fosfito 2,4,6-tri-ter-butilfenil-2-butil-2-etil-1,3-propanodiol, fosfito poli-4,4'-isopropilideno difenol álcool C12-15, e fosfito de 2-etil-2-butilpropileno glicol e 2,4,6-tri-ter-butilfenol.

[00206] Exemplos do antioxidante à base de tioéter acima descrito incluem tetraquis[metileno-3-(lauriltio)propionato]metano, sulfeto bis(metil-4-[3-n-alquil (C12/C14)tiopropioniloxi]-5-ter-butilfenil), ditridecil-3,3'-tiodipropionato, dilauril-3,3'-tiodipropionato, dimiristil-3,3'-tiodipropionato, diestearil-3,3'-tiodipropionato, tiodipropionato de laurila/estearila, 4,4'-tiobis(6-ter-butil-m-cresol), 2,2'-tiobis(6-ter-butil-p-cresol) e dissulfeto de diestearila.

[00207] Exemplos do absorvente ultravioleta acima descrito incluem 2-hidroxibenzofenonas tal como 2,4-dihidroxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, 2-hidroxi-4-octoxibenzofenona e 5,5'-metileno-bis(2-hidroxi-4-metoxibenzofenona); 2-(2-hidroxifenil)benzotriazóis tal como 2-(2-hidroxi-5-metilfenil)benzotriazol, 2-(2-hidroxi-5-ter-octilfenil)benzotriazol, 2-(2-hidroxi-3,5-di-ter-butilfenil)-5-clorobenzotriazol, 2-(2-hidroxi-3-ter-butil-5-metilfenil)-5-clorobenzotriazol, 2-(2-hidroxi-3,5-dicumilfenil)benzotriazol, 2,2'-metileno-bis(4-ter-octil-6-benzotriazolilfenol), éster de glicol de polietileno de 2-(2-hidroxi-3-ter-butil-5-carboxifenil)benzotriazol, 2-[2-hidroxi-3-(2-acrilóiloxietil)-5-metilfenil]benzotriazol, 2-[2-hidroxi-3-(2-metacrilóiloxietil)-5-ter-butilfenil]benzotriazol, 2-[2-hidroxi-3-(2-metacrilóiloxietil)-5-ter-octilfenil]benzotriazol, 2-[2-hidroxi-3-(2-metacrilóiloxietil)-5-ter-butilfenil]-5-clorobenzotriazol, 2-[2-hidroxi-5-(2-metacrilóiloxietil)fenil]benzotriazol, 2-[2-hidroxi-3-ter-butil-5-(2-metacrilóiloxietil)fenil]benzotriazol, 2-[2-hidroxi-3-ter-amil-5-(2-metacrilóiloxietil)fenil]benzotriazol, 2-[2-hidroxi-3-ter-butil-5-(3-metacrilóiloxipropil)fenil]-5-clorobenzotriazol, 2-[2-hidroxi-4-(2-metacrilóiloximetil)fenil]benzotriazol,

de fenila, difenilfosfinato de metila e derivados de 9,10-dihidro-9-oxa-10-fosfafenantleno-10-óxido; compostos de fosfazeno tal como bis(2-alilfenoxi)fosfazeno e dicresilfosfazeno; retardadores de chama à base de fósforo tal como fosfato de melamina, pirofosfato de melamina, polifosfato de melamina, polifosfato de melamo, polifosfato de amônio, compostos de vinilbenzila que contêm fósforo e fósforo vermelho; hidróxidos de metal tal como hidróxidos de magnésio e hidróxidos de alumínio; e retardadores de chama à base de bromo tal como resina de epóxi tipo A de bisfenol brominado, resina de epoxi tipo novolac de fenol brominado, hexabromobenzeno, pentabromotolueno, etileno-bis(pentabromofenil), etileno-bis-tetrabromoftalimida, 1,2-dibromo-4-(1,2-dibromoetil)ciclohexano, tetrabromociclooctano, hexabromociclododecano, bis(tribromofenoxi)etano, éter de polifenileno brominado, poliestireno brominado, 2,4,6-tris(tribromofenoxi)-1,3,5-triazina, maleimida de tribromofenila, acrilato de tribromofenila, metacrilato de tribromofenila, dimetacrilato tipo A tetrabromobisfenol, acrilato de pentabromobenzila e estireno brominado.

[00209] Exemplos de carboxilato de metal alifático acima descritos incluem compostos representados pela seguinte Fórmula (15):



[00210] (em que, R^{26} representa um grupo alifático que tem de 1 a 30 átomos de carbono que é ramificado opcionalmente e tem opcionalmente um ou mais substituintes selecionados a partir de um grupo de hidroxila e grupos de cicloalquila; M^2 representa um átomo de metal; e n é um número inteiro de 1 a 4, representando a valência de M^2).

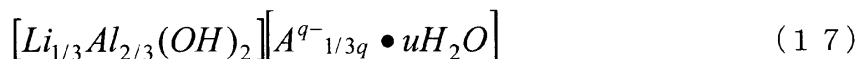
[00211] Na Fórmula acima descrita (15), R^{26} é um grupo alifático que tem de 1 a 30 átomos de carbono que tem opcionalmente um grupo de hidroxila(s) e/ou grupo de cicloalquila(s) e é também opcionalmente ramificado. Exemplos do grupo alifático incluem grupos de hidrocarboneto tal como grupos de alquila, grupos de alquênica, e grupos de alquila no qual duas ou mais ligações insaturadas são introduzidas. Exemplos específicos do ácido carboxílico alifático representados pela Fórmula acima descrita (15) incluem ácido acético, ácido propiônico, ácido láctico, ácido butírico, ácido valérico, ácido capróico, ácido 2-etil hexanóico, ácido enântico, ácido pelargônico, ácido caprílico, ácido neodecílico, ácido undecílico, ácido láurico, ácido tridecílico, ácido mirístico, ácido pentadecílico, ácido palmítico, ácido margárico, ácido esteárico, ácido nonadecílico, ácido araquídico, ácido beênico, ácido linocérico, ácido cerótico, ácido montanóico, ácido melissico, ácido obtusílico, ácido lindérico, ácido tsuzuico, ácido palmitoleico, ácido miristoileico, ácido petroselinico, ácido oleico, ácido elaidico, ácido vacênico, ácido linoleico, ácido linoelaidico, ácido γ -linolênico, ácido linolênico, ácido ricinoleico, ácido naftênico, ácido abiético, ácido hidroxiacético, ácido β -hidroxipropiônico, ácido 2-metil- β -hidroxipropiônico, ácido α -hidroxibutírico, ácido β -hidroxibutírico, ácido γ -hidroxibutírico, ácido monometilol propiônico, ácido dimetilol propiônico, e ácido 12-hidroxiesteárico. Dentre eles, um ácido carboxílico alifático cujo grupo alifático tem de 12 a 22 átomos de carbono é preferido pois o alto efeito de aperfeiçoar as propriedades físicas da resina com base na olefina resultante é obtido, e ácido mirístico, ácido esteárico, ácido 12-hidroxiesteárico e similares são particularmente preferidos.

[00212] Exemplos do átomo de metal representados por M^2 na Fórmula (15) incluem metais alcali, magnésio, cálcio, estrôncio, bário, titânio, manganês, ferro, zinco, silicone, zircônio, ítrio, bário e háfnio. Dentre eles, metais alcali tal como sódio, lítio e potássio são preferidos, e sódio e lítio são particularmente preferidos pois eles permitem o polímero de olefina resultante para ter uma temperatura de cristalização favorável.

[00213] A hidrotalcita descrita acima é um composto de sal complexo que é conhecido como um produto natural ou sintético e composto de magnésio, alumínio, grupos de hidroxila, um grupo de carbonato e água cristal arbitrária. Exemplos específicos dos mesmos incluem hidrotalcitas representadas pela seguinte Fórmula (16). Ademais, uma hidrotalcita de Al-Li representada pela seguinte Fórmula (17) pode ser também usada.



[00214] (em que, a e b cada representa uma série que satisfaz as condições representados pelas seguintes equações; e u representa 0 ou um número positivo: $0 \leq b/a < 10$, $2 \leq a + b \leq 20$)



[00215] (em que, A^{q-} representa um ânion que tem uma valência de q; e u representa 0 ou um número positivo)

[00216] Nas hidrotalcitas acima descritas, a água cristais pode ser desidratado, e a hidrotalcita pode ser revestida por, por exemplo, um ácido graxo superior tal como ácido esteárico, um sal de metal de ácido graxo superior tal como oleato de metal alcali, um sulfonato orgânico metal tal como dodecilbenzenossulfonato de metal alcali, uma amida de

ácido graxo superior, um éster de ácido graxo superior, ou uma cera.

[00217] As hidrotalcitas acima descritas podem ser uma hidrotalcita que ocorre naturalmente ou sintética. Exemplos de um método para sintetizar um dito composto incluem métodos conhecidos que estão descritos na Publicação da Patente Japonesa (Kokoku) N° S46-2280, Publicação da Patente Japonesa (Kokoku) N° S50-30039, Publicação da Patente Japonesa (Kokoku) N° S51-29129, Publicação da Patente Japonesa (Kokoku) N° H3-36839, Publicação de Pedido de Patente Japonês pendente N° S61-174270, Publicação de Pedido de Patente Japonês pendente N° H5-179052 e similares. Ademais, as hidrotalcitas acima descritas podem ser usadas sem qualquer restrição sobre a sua estrutura de cristal, partícula de cristal e similares.

[00218] Nos casos em que um sal de metal de hidrotalcita for usado, um sal de lítio ou um sal de sódio é usado preferencialmente pois um artigo moldado que tem boa transparência pode ser obtido.

[00219] Como a carga acima descrita, por exemplo, talco, mica, carbonato de cálcio, óxido de cálcio, hidróxido de cálcio, carbonato de magnésio, hidróxidos de magnésio, óxido de magnésio, sulfato de magnésio, hidróxidos de alumínio, sulfato de bário, pós de vidro, fibras de vidro, argilas, dolomita, sílica, alumina, cristais capilares de titanato de potássio, wollastonita e oxissulfato de magnésio fibroso são preferidos. Dentre essas cargas, as que têm um tamanho médio de partícula (no caso de uma carga de formato esférico ou de placa) ou um diâmetro de fibra médio (no caso de uma carga fibrosa ou com forma de agulha) de 5 µm ou inferior são preferidos.

[00220] O lubrificante acima descrito é adicionado com o propósito de transmitir a superfície do artigo moldado

resultante com lubricidade e aperfeiçoar o efeito de prevenção contra danos. Exemplos de dito lubrificante incluem amidas de ácidos graxos insaturados tal como amida de ácido oleico e amida de ácido erúcico; e amida de ácido graxo saturado tal como amida de ácido beênico e amida de ácido esteárico. Esses lubrificantes podem ser usados individualmente, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados combinados.

[00221] O agente antiestático acima descrito é adicionado com o propósito de reduzir a propriedade eletroestática do artigo moldado resultante e prevenir adesão de poeiras causada por carga eletrostática. Exemplos de dito agente antiestático incluem agentes antiestáticos catiônicos, aniônicos e não-iônicos. Os exemplos preferidos dos mesmos incluem alquilaminas de polioxietileno e alquilamidas de polioxietileno. Esses agentes antiestáticos podem ser usados individualmente, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados combinados.

[00222] A quantidade dos respectivos aditivos a ser usada em uma composição de resina de olefina obtida pelo método de produção da presente invenção é preferível na faixa de uma quantidade na qual um efeito de adicionar o aditivo é exercido em uma quantidade na qual um aperfeiçoamento no efeito da adição não é mais observado. As quantidades preferidas dos respectivos aditivos a serem usados com relação à 100 partes em massa do polímero de olefina resultante são conforme se segue: de 0,1 a 20 partes em massa de um plastificante(s), de 1 a 50 partes em massa de carga(s), 0,001 a 1 parte por massa de agente(s) de tratamento de superfície, 0,001 a 10 partes em massa de antioxidante(s) fenólico(s), 0,001 a 10 partes em massa de antioxidante(s) à base de fósforo, 0,001 a 10 partes em massa de antioxidante(s) à base de tioéter, 0,001 a 5 partes em

massa de absorventes(s) ultravioleta, 0,01 a 1 parte por massa de composto(s) de amina impedida, 1 a 50 partes em massa de retardador(es) de chama, 0,03 a 2 partes em massa de lubrificante(s), e 0,03 a 2 partes em massa de agente(s) antiestático(s). É observado aqui que as quantidades acima descritas de uso indicam as quantidades dos respectivos aditivos usados em um artigo moldado obtido utilizando um masterbatch preparado pelo método de produção da presente invenção.

[00223] Nos casos em que um masterbatch de nucleação obtido pelo método de produção da presente invenção é aplicado em uma resina de olefina, a resina de olefina e o masterbatch pode ser amassada utilizando um amassador, um moinho de rolo, uma extrusora uniaxial, uma extrusora biaxial, uma extrusora multiaxial ou similares. A partir do ponto de vista da operabilidade, uma extrusora uniaxial ou uma extrusora biaxial é preferida. Nos casos em que uma extrusora biaxial for usada, ela pode ser usada independentemente das direções de rotação dos parafusos serem ou não as mesmas ou diferentes. Ademais, a fim de aperfeiçoar a qualidade do produto e o ambiente de trabalho, é preferido realizar a reposição com gás inerte e/ou desgaseificar via de estágio único e de estágios múltiplos.

[00224] Ademais, os outros aditivos acima descritos podem ser misturados em uma resina de olefina junto com um masterbatch obtido pelo método de produção da presente invenção, e o resultante pode ser derretido amassado.

[00225] O masterbatch obtido pelo método de produção da presente invenção pode ser misturado com uma resina de olefina e um artigo moldado pode ser obtido pela moldagem da mistura resultante por uma variedade de métodos de moldagem. A moldagem pode ser executada por um método de moldagem conhecido tal como moldagem por extrusão, moldagem por

injeção, moldagem oca, moldagem por sopro ou moldagem por compressão, e artigo moldados, por exemplo, recipientes de alimentos; recipientes cosméticos e médicos; frascos tal como frascos de alimentos, frascos de bebidas, frascos de óleo de cozinha e frascos de condimentos; materiais de embalagem tal como materiais de embalagem de alimentos, materiais de empacotamento e materiais de embalagem de transporte; chapas e películas; fibras; diversos produtos diários; brinquedos; materiais de automóveis; e materiais de eletrodomésticos, podem ser facilmente obtidos desta forma. Ademais, fibras de vidro, fibras de carbono ou similares podem ser incorporadas para produzir um plástico de fibra reforçada.

[Modo de executar a Segunda Modalidade da presente invenção]

[00226] O componente de nucleação de acordo com a segunda modalidade da presente invenção compreende um ou mais compostos representados pela Fórmula acima descrita (1).

[00227] Exemplos do componente de nucleação incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00228] A quantidade do componente de nucleação acima descrito a ser usado está na faixa a partir de uma quantidade na qual um efeito de adicionar o componente de nucleação é exercido em uma quantidade na qual um aperfeiçoamento no efeito da adição não é mais observado. O componente de nucleação é usado na faixa preferível de 0.001 a 10 partes em massa, mais preferível 0,005 a 1 parte por massa, particularmente preferível 0,01 a 0.5 partes em massa, com relação a 100 partes em massa de um polímero obtido pelo método de produção da presente invenção (doravante, também chamado como "o polímero").

[00229] No método de produção da presente invenção, o componente de nucleação dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um organoalumínio e um solvente orgânico

é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina. O local da adição não está particularmente restrito e o componente de nucleação pode ser adicionado em qualquer um, por exemplo, um sistema de polimerização, um sistema de catalisador e uma tubulação.

[00230] Nos casos em que o componente de nucleação é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina, o componente de nucleação pode ser misturado com um composto de organoalumínio, ou o componente de nucleação pode ser dispersado em um solvente orgânico e um composto de organoalumínio é então adicionado nele para dissolver o componente de nucleação. Acredita-se que o componente de nucleação é desta forma mascarado com o composto de organoalumínio.

[00231] Exemplos do composto de organoalumínio acima descrito incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00232] No método para produzir uma composição de resina à base de poliolefina de acordo com a presente invenção, um dito composto de organoalumínio que permite que o componente de nucleação mascarado com o composto de organoalumínio seja regenerado por um tratamento com um composto doador de hidrogênio tal como água, um álcool ou um ácido é usado preferencialmente.

[00233] A razão de mistura do componente de nucleação acima descrito e o composto de organoalumínio é preferível de $1/1.000$ a $1/0,3$ em termos da razão molar entre o componente de nucleação e o teor de alumínio do composto de organoalumínio. Quando a razão do componente de nucleação é maior do que $1/0,3$, existe um problema que o componente de nucleação excessivo afeta de maneira adversa a atividade de polimerização de olefina, ao passo que quando a razão do componente de nucleação é menor do que $1/1.000$, o composto de organoalumínio pode permanecer no polímero resultante

após a polimerização para causar uma redução nas propriedades físicas do polímero e afetar de maneira adversa um componente de metal catalisador, de modo que a polimerização não possa ser desempenhada conforme desejado.

[00234] Exemplos do solvente orgânico acima descrito incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima. Esses solventes orgânicos podem ser usados individualmente, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados combinados.

[00235] Dentre os solvente orgânicos acima descritos, n-hexano ou n-heptano é usado preferencialmente. A concentração do composto de organoalumínio no solvente orgânico está na faixa preferível de 0,001 a 0.5 mol/L, particularmente preferível de 0,01 a 0,1 mol/L.

[00236] Exemplos do monômero de olefina usados na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00237] Exemplos do polímero na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00238] A polimerização do monômero de olefina é necessária para ser realizada na presença de um catalisador de polimerização em uma atmosfera de gás inerte tal como nitrogênio; no entanto, ela também pode ser desempenhada no solvente inerte acima descrito. Ademais, um composto de hidrogênio ativo, uma portadora de partícula, um composto de organoalumínio, um composto de camada de íon permutável e/ou um silicato inorgânico pode ser adicionado em tal quantidade que não iniba a polimerização.

[00239] Na presente invenção, o catalisador de polimerização acima descrito não está particularmente restrito, e qualquer catalisador de polimerização conhecido pode ser usado. Exemplos dos mesmos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00240] Na presente invenção, o método de polimerizar o monômero de olefina não está particularmente restrito, e qualquer método conhecido pode ser empregado. Exemplos dos mesmos incluem um método de polimerização de pasta aquosa no qual a polimerização é realizada em um solvente inerte tal como um hidrocarboneto alifático (e.g., butano, pentano, hexano, heptano ou isooctano), um hidrocarboneto alicíclico (e.g., ciclopentano, ciclohexano ou metilciclohexano), um hidrocarboneto aromático (e.g. tolueno, xileno ou etilbenzeno), uma fração de gasolina ou uma fração de diesel hidrogenado; um método de polimerização de fase gasosa no qual a polimerização é realizada em uma fase gasosa; um método de polimerização a granel no qual o próprio monômero de olefina é usado como um solvente; um método de polimerização de solução no qual um polímero é gerado em uma forma líquida; um método de polimerização que combina esses métodos; métodos de polimerização de etapa única ou de etapa múltipla; e um método de polimerização no qual um copolímero é produzido copolimerizando propileno com pelo menos uma unidade de olefina (excluindo propileno) selecionada a partir do grupo que consiste de unidades de olefina que têm de 2 a 12 átomos de carbono. Ademais, esses métodos de produção podem ser usados independentemente de serem um tipo de lote ou um tipo contínuo.

[00241] Como um instrumento de polimerização a ser usado no método de polimerização acima descrito, um instrumento de reação contínua provido em um equipamento de polimerização existente pode ser usado como ele é, e a presente invenção não está particularmente restrita pelo tamanho, formato, material e similares do equipamento de polimerização convencional.

[00242] O carboxilato de metal alifático usado em uma segunda etapa do método de produção da presente invenção é

um ou mais compostos representados pela Fórmula acima descrita (15).

[00243] A quantidade do carboxilato de metal alifático acima descrito a ser usado está na faixa a partir de um quantidade na qual um efeito de adicionar o carboxilato de metal alifático é exercido em uma quantidade na qual um aperfeiçoamento no efeito da adição não é mais observado. O carboxilato de metal alifático é usado na faixa preferível de 0,001 a 10 partes em massa, mais preferível de 0,005 a 1 parte por massa, particularmente preferível de 0,01 a 0,5 partes em massa, com relação a 100 partes em massa do polímero.

[00244] A hidrotalcita acima descrita que contém metal alcali é um composto de sal complexo que é conhecido como um produto natural ou sintético e composto de magnésio, alumínio, grupos de hidroxila, um grupo de carbonato e água cristal arbitrária, e exemplos dos mesmos incluem hidrotalcitas nos quais alguns de magnésio ou alumínio são substituídos por outros metais tal como um metal alcali ou zinco; e hidrotalcitas nas quais o(s) grupo(s) de hidroxila ou grupo de carbonato é/são substituído(s) por outros grupos aniônicos, mais especificamente, hidrotalcitas representadas pela Fórmula acima descrita (16) no qual um metal é substituído por um metal alcali. Além disso, como uma hidrotalcita de Al-Li, um composto representado pela Fórmula acima descrita (17) pode ser usado.

[00245] Ademais, o ânion de carbonato nas hidrotalcitas acima descrito pode ser parcialmente substituído por outro ânion.

[00246] Nas hidrotalcitas acima descritas, a água cristal pode ser desidratada, e a hidrotalcita pode ser revestida por, por exemplo, um ácido graxo superior tal como ácido esteárico, um sal de metal de ácido graxo superior tal como

oleato de metal álcali, um sulfonato orgânico metal tal como dodecilbenzenossulfonato de metal álcali, um ácido graxo superior amida, um éster de ácido graxo superior, ou uma cera.

[00247] As hidrotalcitas acima descritas podem ser uma hidrotalcita que ocorre naturalmente ou sintética. Exemplos de um método para sintetizar um dito composto incluem métodos conhecidos que são descritos nas publicações acima descritas e similares. Ademais, as hidrotalcitas acima descritas podem ser usadas sem qualquer restrição sobre a sua estrutura de cristal, partícula de cristal e similares.

[00248] Como o metal álcali da hidrotalcita que contém metal álcali, lítio ou sódio é usado preferencialmente pois um artigo moldado que tem boa transparência e temperatura de cristalização pode ser obtido.

[00249] Na presente invenção, no momento de polimerizar o monômero de olefina, conforme necessário, outro(s) aditivo(s) normalmente usado(s) em uma resina de olefina pode(m) ser ademais adicionado(s) em uma dita faixa que não afete de maneira adversa a polimerização. Nos casos em que dito(s) outro(s) aditivo(s) é/são adicionado(s) no momento de polimerizar o monômero de olefina, o(s) aditivo(s) pode(m) ser misturados e agitados com o componente de nucleação e o composto de organoalumínio. Na reação por esse método, nos casos em que um composto produzido como um subproduto não afeta o produto de polimerização resultante, o(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) como estão; no entanto, nos casos em que o composto do subproduto afeta de maneira adversa o produto de polimerização, é preferido remover o composto por destilação a vácuo ou similares antes de utilizar o(s) aditivo(s).

[00250] Ademais, mesmo se uma adição direta de outro(s) aditivo(s) afetar de maneira adversa a polimerização, desde

que o efeito sobre a polimerização possa ser suprimido mascarando com um composto de organoalumínio, dito(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) no método para produzir a policomposição de resina à base de olefina de acordo com a presente invenção.

[00251] Ademais, além do carboxilato de metal alifático representado pela Fórmula (15) ou a hidrotalcita que contém metal alcali, outro(s) aditivo(s) podem ser misturados no polímero obtido pela primeira etapa, e o resultante pode ser derretido amassado, granulado e moldado utilizando uma máquina de moldagem tal como uma extrusora.

[00252] Exemplos dos outros aditivos acima descritos incluem um antioxidante fenólico, um antioxidante à base de fósforo, um antioxidante à base de tioéter, um absorvente ultravioleta, um inativador de metal pesado, um retardador de chama, um sabão metálico, uma hidrotalcita, uma carga, um lubrificante, um agente antiestático, um pigmento, um corante, e um plastificante.

[00253] Exemplos do antioxidante fenólico incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00254] Exemplos do antioxidante à base de fósforo incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00255] Exemplos do antioxidante à base de tioéster incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00256] Exemplos do absorvente ultravioleta incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00257] Exemplos do retardador de chamas incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00258] Exemplos da carga incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima. Dentre essas cargas, as que têm um tamanho médio de partícula (no caso de uma carga de formato esférico ou de placa) ou um diâmetro de fibra médio (no caso

de uma carga fibrosa ou com forma de agulha) de 5 µm ou menor são preferidos.

[00259] O lubrificante acima descrito é adicionado com o propósito de transmitir a superfície do artigo moldado resultante com a lubricidade e aperfeiçoar o efeito de prevenir danos. Exemplos do dito lubrificante incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima. Esses lubrificantes podem ser usados individualmente, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados combinados.

[00260] O agente antiestático acima descrito é adicionado com o propósito de reduzir a propriedade eletroestática do artigo moldado resultante e prevenir a adesão de poeiras causado por carga eletrostática. Exemplos de dito agente antiestático incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima. Esses agentes antiestáticos podem ser usados individualmente, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados combinados.

[00261] A quantidade dos respectivos aditivos a ser usado na resina resultante é preferível na faixa de uma quantidade na qual um efeito de adicionar o aditivo é exercido em uma quantidade na qual um aperfeiçoamento no efeito da adição não é mais observado. As quantidades preferidas dos respectivos aditivos a serem usadas com relação a 100 partes em massa do polímero são conforme se segue: 0,1 a 20 partes em massa de um plastificante(s), 1 a 50 partes em massa de carga(s), 0,001 a 1 parte por massa de agente(s) de tratamento de superfície, 0,001 a 10 partes em massa de antioxidante(s) fenólico(s), 0,001 a 10 partes em massa de antioxidante(s) à base de fósforo, 0,001 a 10 partes em massa de antioxidante(s) à base de tioéter, 0,001 a 5 partes em massa de absorventes(s) ultravioleta, 0,01 a 1 parte por massa de composto(s) de amina impedida, 1 a 50 partes em massa de retardador(es) de chama, 0,001 a 10 partes em massa

de carboxilato alifático de metal, 0,001 a 5 partes em massa de hidrotalcita, 0,03 a 2 partes em massa de lubrificante(s), e 0,03 a 2 partes em massa de agente(s) antiestático(s). É observado que as quantidades de uso acima descritas indicam as quantidades finais dos respectivos aditivos usados em um artigo moldado obtido utilizando o polímero produzido pelo método de produção da presente invenção.

[00262] O polímero obtido pelo método de produção da presente invenção pode ser moldado por um método de moldagem conhecido tal como moldagem por extrusão, moldagem por injeção, moldagem oca, moldagem por sopro ou moldagem por compressão, e artigo moldados, por exemplo, recipientes de alimentos; recipientes de cosméticos e de vestuário; frascos tal como frascos de alimentos, frascos de bebidas, frascos de óleo de cozinha e frascos de condimentos; materiais de embalagem tal como materiais de embalagem de alimentos, materiais de empacotamento e materiais de embalagem de transporte; chapas e películas; fibras; diversos produtos diários; e brinquedos, podem ser desta forma facilmente obtido. Ademais, fibras de vidro, fibras de carbono ou similares podem ser incorporadas para produzir um plástico de fibra reforçada.

[Modo de executar a terceira modalidade da presente invenção]

[00263] O método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a terceira modalidade da presente invenção será agora descrito em detalhes.

[00264] No método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a presente invenção, um polímero de olefina obtido pela polimerização de um monômero de olefina com a incorporação de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico antes ou durante a polimerização é usado.

[00265] Exemplos do componente de nucleação usados na presente invenção incluem nucleadores que se dissolvem em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico. Aqueles nucleadores que não dissolvem mostram dispersão ruim em uma resina, de modo que os efeitos da presente invenção podem não ser alcançados. É então necessário checar a solubilidade do componente de nucleação antes de executar o método de produção da presente invenção. Se um nucleador se dissolve ou não pode ser julgado por dissolução do nucleador no composto de organoalumínio ou no composto de organoalumínio e o solvente orgânico e examinando visualmente se um material residual é gerado.

[00266] Exemplos específicos de um dito composto incluem compostos representados pela Fórmula descrita (1), fosfatos de metal tal como lítio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-terc-butilfenil)fosfato, e compostos de amida; no entanto, pois um nucleador decomposto por um composto de organoalumínio pode colorir o polímero resultante ou inibir a atividade de polimerização, um dito nucleador não pode ser usado no método de produção da presente invenção.

[00267] Na presente invenção, como o nucleador acima descrito, um composto representado pela Fórmula acima descrita (1) é usado preferencialmente.

[00268] Exemplos do componente de nucleação usados na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00269] Exemplos dos compostos de amida acima descritos na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00270] Ademais, exemplos de compostos de amida diferentes dos acima descritos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00271] A quantidade do componente de nucleação acima descrito a ser usado está na faixa preferível de 0,001 a 0,5 partes em massa, mais preferível de 0,005 a 0,3 partes em massa, com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização. Quando a quantidade do componente de nucleação for menor do que 0,001 partes em massa, as ações e efeitos da nucleação podem não ser alcançados, ao passo que quando a quantidade for de 0,5 partes em massa ou superior, os efeitos de adicionar o nucleador podem não ser alcançados em um caso em que a composição de resina de olefina obtida pelo método de produção da presente invenção seja somente moldado, que não é econômico.

[00272] Ao polimerizar o polímero de olefina usado no método de produção da presente invenção, o componente de nucleação acima descrito dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um organoalumínio e um solvente orgânico é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina. O local da adição não está particularmente restrito e o componente de nucleação pode ser adicionado a qualquer um, por exemplo, de um sistema de polimerização, um sistema de catalisador e uma tubulação.

[00273] Nos casos em que o componente de nucleação for adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina, o componente de nucleação pode ser misturado com um composto de organoalumínio, ou o componente de nucleação pode ser dispersado em um solvente orgânico e um composto de organoalumínio é então adicionado nele para dissolver o componente de nucleação. Acredita-se que o componente de nucleação é desta forma mascarado com o composto de organoalumínio.

[00274] Como o composto de organoalumínio, os mesmos que aqueles exemplificados acima podem ser usados da mesma maneira.

[00275] Quando se obtém o polímero de olefina acima descrito, é preferido usar um dito composto de organoalumínio que permite que o componente de nucleação mascarado com o composto de organoalumínio seja regenerado por um tratamento com um composto doador de hidrogênio tal como água, um álcool ou um ácido.

[00276] A razão de mistura do componente de nucleação acima descrito e o composto de organoalumínio é preferível de 1/1.000 a 1/0,3 em termos da razão molar entre o componente de nucleação e o teor de alumínio do composto de organoalumínio. Quando a razão do componente de nucleação for maior do que 1/0,3, existe um problema que o componente de nucleação excessivo afeta de maneira adversa a atividade de polimerização do monômero de olefina, ao passo que quando a razão do componente de nucleação for menor do que 1/1.000, o composto de organoalumínio pode permanecer no polímero de olefina resultante após a polimerização para causar uma redução nas propriedades físicas do polímero de olefina e afetar de maneira adversa um componente de metal catalisador, de modo que a polimerização não possa ser desempenhada conforme desejado.

[00277] Exemplos do solvente orgânico acima descrito incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima. Esses solventes orgânicos podem ser usados individualmente, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados combinados.

[00278] Dentre os solventes orgânicos acima descritos, n-hexano ou n-heptano é usado preferencialmente. A concentração do composto de organoalumínio no solvente orgânico está na faixa preferível de 0,001 a 0,5 mol/l, particularmente preferível de 0,01 a 0,1 mol/l.

[00279] Exemplos do monômero de olefina usado para obter um polímero de olefina incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00280] Na presente invenção, um polímero de olefina é obtido pela homopolimerização do monômero de olefina acima descrito ou por copolimerização incluindo o monômero de olefina, e exemplos dos mesmos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00281] No método de produção da presente invenção, um polímero de olefina obtido pela polimerização de um monômero de olefina com incorporação de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico antes ou durante a polimerização é usado. A razão do monômero de olefina e o componente de nucleação é ajustada de modo que a quantidade do componente de nucleação se torne de 0,001 a 0,5 partes em massa com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização do monômero de olefina.

[00282] Como um método de ajustar a quantidade do componente de nucleação com relação ao polímero de olefina para estar na faixa acima descrita, um método no qual a atividade de polimerização de um caso em que a polimerização é realizada sem adicionar o componente de nucleação é determinada e a polimerização é realizada sob as mesmas condições como no caso em que o componente de nucleação não é adicionado, porém com uma adição de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico de modo que a quantidade desejada do componente de nucleação é misturada no polímero resultante, pode ser empregada. Alternativamente, um instrumento para ajustar a quantidade de cada componente a ser adicionada pode ser introduzida em um equipamento de polimerização e a polimerização pode ser

realizada enquanto ajusta a quantidade misturada do componente de nucleação para estar na faixa acima descrita.

[00283] A polimerização do monômero de olefina pode ser desempenhada na presença de um catalisador de polimerização em uma atmosfera de gás inerte tal como nitrogênio; no entanto, ela também pode ser desempenhada no solvente orgânico acima descrito. Ademais, um composto de hidrogênio ativo, uma portadora de partícula, um composto de organoalumínio, um composto de camada de íon permutável e/ou um silicato inorgânico pode ser adicionado em tal quantidade que não iniba a polimerização.

[00284] O catalisador de polimerização acima descrito não está particularmente restrito, e qualquer catalisador de polimerização conhecido pode ser usado. Exemplos dos mesmos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00285] Exemplos de um método de polimerizar o monômero de olefina incluem um método de polimerização de pasta aquosa no qual a polimerização é realizada em um solvente inerte tal como um hidrocarboneto alifático (e.g., butano, pentano, hexano, heptano ou isooctano), um hidrocarboneto alicíclico (e.g., ciclopentano, ciclohexano ou metilciclohexano), um hidrocarboneto aromático (e.g. tolueno, xileno ou etilbenzeno), uma fração de gasolina ou uma fração de diesel hidrogenado; um método de polimerização de fase gasosa no qual a polimerização é realizada em uma fase gasosa; um método de polimerização a granel no qual o próprio monômero de olefina é usado como um solvente; um método de polimerização de solução no qual um polímero é gerado em uma forma líquida; um método de polimerização que combina esses métodos; um método para produzir um homopolímero de olefina por polimerização do monômero de olefina em uma etapa única ou em etapas únicas; e um método de polimerização no qual um copolímero é produzido pela copolimerização de propileno com

pelo menos uma unidade de olefina (excluindo propileno) selecionada a partir do grupo que consiste de unidades de olefina que têm de 2 a 12 átomos de carbono. Ademais, existem métodos de produção do tipo lote e do tipo contínuo.

[00286] Na presente invenção, como um equipamento de polimerização convencional para um método de polimerização a granel, um método de polimerização de fase gasosa ou uma combinação desses métodos podem ser aplicados como estão, um dito equipamento de polimerização é usado preferencialmente, e um equipamento de polimerização do tipo contínuo é industrialmente vantajoso e portanto preferido. A presente invenção pode também ser aplicada a um método de polimerização de pasta aquosa, um método de polimerização de solução e similares; no entanto, como esses métodos de polimerização exigem uma etapa de secagem do polímero de olefina resultante, eles não são preferidos a partir do ponto de vista de economia de tempo de trabalho.

[00287] O método de produção da presente invenção compreende a etapa de trazer um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton, ou vapor em contato com um polímero de olefina obtido na maneira acima descrita.

[00288] Ademais, outro método de produção da presente invenção compreende a etapa de amassar com derretimento de um polímero de olefina obtido na maneira acima descrita, com injeção de um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton, ou vapor em uma extrusora.

[00289] Acredita-se que o nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico pode ser desta forma regenerado.

[00290] No método de produção da presente invenção, nos casos em que um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton é usado, um gás nitrogênio que

contém água em uma razão de volume preferível $1,0 \times 10^{-6}$ por $2,5 \times 10^{-2}$, mais preferível $1,0 \times 10^{-3}$ por 1.5×10^{-2} , com relação a 1 volume de nitrogênio, é usado preferencialmente. Quando a razão de volume for menor do que 1.0×10^{-6} com relação a 1 volume de nitrogênio, regeneração do nucleador leva muito tempo, ao passo que quando a razão é maior do que 2.5×10^{-2} , o teor de água do polímero de olefina resultante é alto e bolhas podem então ser formadas durante moldagem.

[00291] Nos casos em que a etapa de trazer um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton, ou vapor em contato com um polímero de olefina obtido na maneira acima descrita é aplicado em um método de produção do tipo contínuo, um equipamento no qual o gás nitrogênio ou vapor pode ser trazido em contato com o polímero de olefina em um veículo em que o polímero de olefina é suprido de maneira intermitente ou contínua pode ser empregado. O equipamento pode ser de qualquer tipo desde que ele seja capaz de descarregar um polímero de olefina que contém nucleador regenerado, por exemplo, um tipo no qual o polímero de olefina é suprido de maneira intermitente ou contínua a partir de uma parte superior de uma coluna cilíndrica e o gás nitrogênio ou vapor é suprida a partir de uma parte inferior da coluna, ou um tipo no qual o polímero de olefina é suprido a partir de uma parte superior de um veículo e o gás nitrogênio é suprido a partir de uma parte do veículo. Exemplos específicos do veículo incluem colunas de purga e painéis a vapor.

[00292] Exemplos da substância doadora de próton acima descrita incluem álcoois tal como metanol, etanol, 1-propanol, 2-propanol, n-butanol, isobutanol, sec-butanol, ter-butanol, glicol de etileno e glicerina; substâncias fenólicas; e ácidos minerais tal como ácido clorídrico e

ácido sulfúrico. Na presente invenção, metanol ou etanol é usado preferencialmente.

[00293] No método para produzir uma composição de resina de olefina que compreende a etapa de injetar um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton, ou vapor em uma extrusora no momento de amassar com derretimento um polímero de olefina obtido na maneira acima descrita utilizando a extrusora, trazendo o gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton, ou vapor em contato com o polímero de olefina no momento de amassar com derretimento os mesmos, o componente de nucleação contido no polímero de olefina pode ser regenerado. É particularmente preferido instalar uma extrusora para misturar o polímero de olefina acima descrito com outro(s) aditivo(s) conforme necessário e amassar com derretimento o resultante e introduzir um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton, ou vapor em uma extrusora, pois isso não requer qualquer novo investimento no equipamento.

[00294] A extrusora acima descrita pode ser usado independentemente do método de extrusão tal como extrusão uniaxial, biaxial ou multiaxial, e ela pode ser qualquer extrusora desde que seja capaz de derreter e amassar um polímero de olefina e vapor pode ser introduzido nele.

[00295] No método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a presente invenção, é preferido que o teor de água da composição de resina de olefina resultante esteja na faixa de 0,1 a 5 partes em massa com relação a 100 partes em massa do polímero de olefina.

[00296] Quando o teor de água for menor do que 0,1 partes em massa com relação a 100 partes em massa do polímero de olefina, o nucleador pode não ser regenerado suficientemente, ao passo que quando o teor de água maior do

que 5 partes em massa, bolhas podem ser geradas durante a moldagem da composição de resina de olefina e a aparência externa do artigo moldado resultante pode então ser deteriorado.

[00297] Na presente invenção, no momento de polimerizar o monômero de olefina, conforme necessário, outro(s) aditivo(s) normalmente usado(s) em uma resina de olefina pode(m) ser ademais adicionado(s) em uma dita faixa que não afete de maneira adversa a polimerização. Nos casos em que dito(s) outro(s) aditivo(s) é/são adicionado(s) no momento de polimerizar o monômero de olefina, o(s) aditivo(s) pode(m) ser misturados e agitados com o nucleador e o composto de organoalumínio. Alternativamente, o(s) aditivo(s) pode(m) ser misturado(s) com um solvente a serem feitos em um estado de suspensão (de pasta aquosa) e depois suprido. O solvente não está particularmente restrito, e exemplos dos mesmos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima. O(s) aditivo(s) pode(m) ser misturado(s) também após a polimerização.

[00298] Na reação por esse método, nos casos em que um composto produzido como um subproduto não afeta o produto de polimerização resultante, o(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) como estão; no entanto, nos casos em que o composto do subproduto afeta de maneira adversa o produto de polimerização, é preferido remover o composto por destilação a vácuo ou similar antes de utilizar o(s) aditivo(s).

[00299] Ademais, mesmo se uma adição direta de outro(s) aditivo(s) afetar de maneira adversa a polimerização, desde que o efeito sobre a polimerização possa ser suprimido mascarando com um composto de organoalumínio, dito(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) no método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a presente invenção.

[00300] Exemplos de outros aditivos acima descritos incluem os mesmos que aqueles exemplificados para a primeira modalidade da presente invenção.

[00301] As quantidades preferidas dos respectivos aditivos acima descritos a serem usadas pode ser configuradas nas mesmas faixas conforme descrito acima. É observado que as quantidades de uso indicam as quantidades dos respectivos aditivos usados em um artigo moldado obtido utilizando uma composição de resina de olefina preparada pelo método de produção da presente invenção.

[00302] Nos casos em que o(s) outro(s) aditivo(s) acima descrito(s) é/são misturados em uma composição de resina de olefina obtida pelo método de produção da presente invenção, por exemplo, um método no qual o polímero de olefina e o(s) aditivo(s) é/são misturado(s) e depois derretidos amassados utilizando um equipamento de processamento tal como um amassador, um moinho de rolo, uma extrusora uniaxial, uma extrusora biaxial ou uma extrusora multiaxial pode ser empregado e, a partir do ponto de vista da operabilidade, uma extrusora uniaxial ou uma extrusora biaxial é usada preferencialmente. Nos casos em que uma extrusora biaxial é usada, pode ser usado independentemente de ser as direções de rotação dos parafusos serem as mesmas ou diferentes. Ademais, a fim de aperfeiçoar a qualidade do produto e o ambiente de trabalho, é preferido realizar a reposição com um gás inerte e/ou desgaseificar via aberturas de estágio único e de estágio múltiplo.

[00303] A composição de resina de olefina obtida pelo método de produção da presente invenção pode ser moldada por um método de moldagem conhecido tal como moldagem por extrusão, moldagem por injeção, moldagem oca, moldagem por sopro ou moldagem por compressão, e artigos moldados, por exemplo, recipientes de alimentos; recipientes de cosméticos

e de vestuário; frascos tal como frascos de alimentos, frascos de bebidas, frascos de óleo de cozinha e frascos de condimentos; materiais de embalagem tal como materiais de embalagem de alimentos, materiais de empacotamento e materiais de embalagem de transporte; chapas e películas; fibras; diversos produtos diários; e brinquedos, podem ser desta forma facilmente obtidos. Ademais, fibras de vidro, fibras de carbono ou similares podem ser incorporadas para produzir um plástico de fibra reforçada.

[Primeiro Modo de executar a quarta modalidade da presente invenção]

[00304] De acordo com o primeira modo de executar a quarta modalidade da presente invenção, um método para produzir uma composição de resina de olefina para um material de película e um método para produzir uma composição de resina de olefina para um material de fibra (que podem ser doravante chamadas coletivamente como "O método de produção da presente invenção") será agora descrito em detalhes.

[00305] Exemplos do componente de nucleação usados na presente invenção incluem nucleadores que se dissolvem em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico. Aqueles nucleadores que não se dissolvem mostram dispersão ruim em uma resina, de modo que os efeitos da presente invenção podem não ser alcançados. É então necessário checar a solubilidade do componente de nucleação antes de executar o método de produção da presente invenção. Se um nucleador se dissolve ou não pode ser julgado por dissolução do nucleador no composto de organoalumínio ou no composto de organoalumínio e o solvente orgânico e examinando visualmente se um material residual é gerado.

[00306] Exemplos específicos de um dito composto incluem compostos representados pela Fórmula descrita (1), fosfatos

de metal tal como fosfato de lítio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-terc-butilfenil), e compostos de amida; no entanto, pois um nucleador decomposto por um composto de organoalumínio pode colorir o polímero resultante ou inibir a atividade de polimerização, um dito nucleador não pode ser usado no método de produção da presente invenção.

[00307] Na presente invenção, como o nucleador acima descrito, um composto representado pela Fórmula acima descrita (1) é usado preferencialmente.

[00308] Exemplos do componente de nucleação usados na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00309] Exemplos dos compostos de amida acima descritos na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00310] Ademais, exemplos de compostos de amida diferentes dos acima descritos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00311] A quantidade do componente de nucleação acima descrito a ser usado está na faixa preferível de 0,001 a 0,5 partes em massa, mais preferível de 0,005 a 0,3 partes em massa, com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização. Quando a quantidade do componente de nucleação for menor do que 0,001 partes em massa, as ações e efeitos da nucleação podem não ser alcançados, ao passo que quando a quantidade for de 0,5 partes em massa ou superior, os efeitos de adicionar o nucleador podem não ser alcançados em um caso em que o polímero de olefina obtido pelo método de produção da presente invenção seja somente moldado, que não é econômico.

[00312] No método de produção da presente invenção, o componente de nucleação dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um organoalumínio e um solvente orgânico

é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina. O local da adição não está particularmente restrito e o componente de nucleação pode ser adicionado a qualquer um, por exemplo, de um sistema de polimerização, um sistema de catalisador e uma tubulação.

[00313] Nos casos em que o componente de nucleação é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina, o componente de nucleação pode ser misturado com um composto de organoalumínio, ou o componente de nucleação pode ser dispersado em um solvente orgânico e um composto de organoalumínio é então adicionado nele para dissolver o componente de nucleação. Acredita-se que o componente de nucleação é desta forma mascarado com o composto de organoalumínio.

[00314] Como o composto de organoalumínio, os mesmos que aqueles exemplificados acima podem ser usados da mesma maneira.

[00315] No método de produção da presente invenção, um dito composto de organoalumínio que permite que o componente de nucleação mascarado com o composto de organoalumínio seja regenerado por um tratamento com um composto doador de hidrogênio tal como água, um álcool ou um ácido é usado preferencialmente.

[00316] A razão de mistura do componente de nucleação acima descrito e do composto de organoalumínio é preferível de 1/1.000 para 1/0,3 em termos da razão molar entre o componente de nucleação e do teor de alumínio do composto de organoalumínio. Quando a razão do componente de nucleação for maior do que 1/0,3, componente de nucleação excessivo pode afetar de maneira adversa a atividade de polimerização de olefina, ao passo que quando a razão do componente de nucleação for menor do que 1/1.000, o composto de organoalumínio pode permanecer no polímero resultante após

a polimerização para causar uma redução nas propriedades físicas do polímero e afetar de maneira adversa um componente de metal catalisador, de modo que a polimerização não possa ser desempenhada conforme desejado.

[00317] Exemplos do solvente orgânico acima descrito incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima. Esses solventes orgânicos podem ser usados individualmente, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados combinados.

[00318] Dentre os solventes orgânicos acima descritos, n-hexano ou n-heptano é usado preferencialmente. A concentração do composto de organoalumínio no solvente orgânico está na faixa preferível de 0,001 a 0.5 mol/l, particularmente preferível de 0,01 a 0.1 mol/l.

[00319] Exemplos do monômero de olefina usados na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00320] O método de produção da presente invenção compreende a etapa de polimerizar o monômero de olefina acima descrito com um fornecimento de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico antes ou durante a polimerização do monômero de olefina. A razão do monômero de olefina e o componente de nucleação é ajustada de modo que a quantidade do componente de nucleação se torne 0,001 até 0.5 partes em massa com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização do monômero de olefina.

[00321] Como um método de ajustar a quantidade do componente de nucleação com relação ao polímero de olefina para estar na faixa acima descrita, um método no qual, na presente invenção, a atividade de polimerização de um caso em que a polimerização é realizada sem adicionar o componente de nucleação é determinada e a polimerização é realizada sob

as mesmas condições como no caso em que o componente de nucleação não é adicionado, porém com uma adição de uma solução no qual a quantidade do componente de nucleação é ajustada para estar em uma quantidade desejada com relação ao polímero resultante, pode ser empregada. Alternativamente, um instrumento para ajustar a quantidade de cada componente a ser adicionado pode ser introduzido em um equipamento de polimerização e a polimerização pode ser realizada enquanto ajusta a quantidade misturada do componente de nucleação para estar na faixa acima descrita.

[00322] Na presente invenção, um polímero é obtido pela homopolimerização do monômero de olefina acima descrito ou por copolimerização incluindo o monômero de olefina, e exemplos do polímero incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00323] A polimerização do monômero de olefina pode ser desempenhada na presença de um catalisador de polimerização em uma atmosfera de gás inerte tal como nitrogênio; no entanto, ela também pode ser desempenhada no solvente orgânico acima descrito. Ademais, um composto de hidrogênio ativo, uma portadora de partícula, um composto de organoalumínio, um composto de camada de íon permutável e/ou um silicato inorgânico pode(m) ser adicionado(s) em tal quantidade que não inibe a polimerização.

[00324] Na presente invenção, o catalisador de polimerização acima descrito não está particularmente restrito, e qualquer catalisador de polimerização conhecido pode ser usado. Exemplos dos mesmos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00325] Na presente invenção, o método de polimerizar o monômero de olefina não está particularmente restrito, e qualquer método conhecido pode ser empregado. Exemplos dos mesmos incluem um método de polimerização de pasta aquosa no

qual a polimerização é realizada em um solvente inerte tal como um hidrocarboneto alifático (e.g., butano, pentano, hexano, heptano ou isooctano), um hidrocarboneto alicíclico (e.g., ciclopentano, ciclohexano ou metilciclohexano), um hidrocarboneto aromático (e.g. tolueno, xileno ou etilbenzeno), uma fração de gasolina ou uma fração de diesel hidrogenado; um método de polimerização de fase gasosa no qual a polimerização é realizada em uma fase gasosa; um método de polimerização a granel no qual o próprio monômero de olefina é usado como um solvente; um método de polimerização de solução no qual um polímero é gerado em uma forma líquida; um método de polimerização que combina esses métodos; um método para produzir um homopolímero de olefina por polimerização do monômero de olefina em uma etapa única ou em etapas únicas; e um método de polimerização no qual um copolímero é produzido por copolimerização de propileno com pelo menos uma unidade de olefina (excluindo propileno) selecionada a partir do grupo que consiste de unidades de olefina que têm de 2 a 12 átomos de carbono. Ademais, esses métodos de produção podem ser usados independentemente de serem um tipo de lote ou um tipo contínuo.

[00326] Como um instrumento de polimerização a ser usado no método de polimerização acima descrito, um instrumento de reação contínua provido em um equipamento de polimerização existente pode ser usado como ele é, e a presente invenção não está particularmente restrita pelo tamanho, formato, material e similares do equipamento de polimerização convencional.

[00327] Na presente invenção, no momento de polimerizar o monômero de olefina, conforme necessário, outro(s) aditivo(s) normalmente usado(s) em uma resina de olefina pode(m) ser ademais adicionado(s) em uma dita faixa que não afete de maneira adversa a polimerização. Nos casos em que

dito(s) outro(s) aditivo(s) é/são adicionado(s) no momento de polimerizar o monômero de olefina, o(s) aditivo(s) pode(m) ser misturado(s) e agitado(s) com o nucleador e o composto de organoalumínio. Na reação por esse método, nos casos em que um composto produzido como um subproduto não afeta o produto de polimerização resultante, o(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) como estão; no entanto, nos casos em que o composto do subproduto afeta de maneira adversa o produto de polimerização, é preferido remover o composto por destilação a vácuo ou similar antes de utilizar o(s) aditivo(s). Alternativamente, outro(s) aditivo(s) pode(m) ser misturado(s) após a polimerização de olefina.

[00328] Ademais, mesmo se uma adição direta de outro(s) aditivo(s) afetar de maneira adversa a polimerização, desde que o efeito sobre a polimerização possa ser suprimido mascarando com um composto de organoalumínio, dito(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) no método de produção da presente invenção.

[00329] Exemplos de outros aditivos acima descritos incluem os mesmos que aqueles exemplificados para a primeira modalidade da presente invenção.

[00330] As quantidades preferidas dos respectivos aditivos acima descritos a serem usadas em uma composição de resina de olefina obtida pelo método de produção da presente invenção podem ser configuradas nas mesmas faixas conforme descrito acima. É observado que as quantidades de uso indicam as quantidades dos respectivos aditivos usados em um artigo moldado obtido utilizando uma composição de resina de olefina preparada pelo método de produção da presente invenção.

[00331] Nos casos em que o(s) outro(s) aditivo(s) acima descritos é/são misturados em uma composição de resina de olefina obtida pelo método de produção da presente invenção, por exemplo, um método no qual o polímero de olefina e o(s)

aditivo(s) são misturados e depois derretidos amassados utilizando um equipamento de processamento tal como um amassador, um moinho de rolo, uma extrusora uniaxial, uma extrusora biaxial ou uma extrusora multiaxial pode ser empregada e, a partir do ponto de vista da operabilidade, uma extrusora uniaxial ou uma extrusora biaxial é usada preferencialmente. Nos casos em que uma extrusora biaxial é usada, ela pode ser usada independentemente de as direções de rotação dos parafusos serem as mesmas ou diferentes. Ademais, a fim de aperfeiçoar a qualidade do produto e o ambiente de trabalho, é preferido realizar a reposição com um gás inerte e/ou desgaseificar via aberturas de estágio único e de estágio múltiplo.

[00332] A composição de resina de olefina obtida pelo método de produção da presente invenção pode ser moldada por um método de moldagem conhecido tal como moldagem por extrusão, moldagem por injeção, moldagem oca, moldagem por sopro, moldagem por compressão ou derretimento-moldagem por sopro. A sua aplicação de película não está particularmente restrita, e o método de produção da presente invenção pode ser geralmente utilizado em aplicações de película de olefina convencionais. Exemplos dos mesmos incluem materiais de embalagem de alimentos tal como envoltórios, películas de laminados compreendem uma película de olefina como uma camada externa, e laminados de um polietileno de baixa densidade, polietileno de média densidade, copolímero de acetato de etileno-vinil ou similares, e exemplos de casos em que a composição de resina de olefina é utilizada como um material de embalagem em forma de sacola para ferver ou replicar incluem aqueles no quais uma película impermeável em oxigênio tal como uma folha de alumínio é laminada como uma camada interna. Exemplos de aplicações de materiais de fibra incluem artigos moldados incluindo capas de assentos de automóveis,

trens, aviões, salas de teatro e similares; materiais de coxim tal como pneus; tecidos médicos não trançados para prevenção de infecção; lenços desinfetantes; produtos sanitários; fraldas; chapas de cima de artigos higiênicos tal como capas de fraldas; meias; roupas de baixo; casacos brancos; capas; lençóis; cortinas; toalhas de mesa; colchões; fronhas de travesseiro; produtos de higiene pessoal; materiais de revestimento de paredes tal como papéis de paredes; roupas de limpeza tal como tecidos de limpeza, panos de prato e tecidos úmidos; materiais de embalagem de alimentos do tipo saquinho de chá para café, chá e similares; e filtros para filtrar. Ademais, fibras de vidro, fibras de carbono ou similares podem ser incorporadas para produzir um plástico de fibra reforçada.

[Segundo Modo de executar a quarta modalidade da presente invenção]

[00333] O método para produzir uma composição de resina de olefina para um material sanitário de acordo com o segundo modo de executar a quarta modalidade da presente invenção (doravante, também chamado como "O método de produção da presente invenção") será agora descrito em detalhes.

[00334] Exemplos do componente de nucleação usados na presente invenção incluem nucleadores que se dissolvem em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico. Aqueles nucleadores que não se dissolvem mostram uma dispersão ruim em uma resina, de modo que os efeitos da presente invenção podem não ser alcançados. É então necessário checar a solubilidade do componente de nucleação antes de executar o método de produção da presente invenção. Se um nucleador se dissolve ou não pode ser julgado por dissolução do nucleador no composto de organoalumínio ou no composto de organoalumínio

e no solvente orgânico e examinando visualmente se um material residual é gerado.

[00335] Exemplos específicos de um dito composto incluem compostos representados pela Fórmula descrita (1), fosfatos de metal tal como fosfato de lítio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil), e compostos de amida; no entanto, como um nucleador decomposto por um composto de organoalumínio pode colorir o polímero resultante ou inibir a atividade de polimerização, um dito nucleador não pode ser usado no método de produção da presente invenção.

[00336] Na presente invenção, como o nucleador acima descrito, um composto representado pela Fórmula acima descrita (1) é usado preferencialmente.

[00337] Exemplos do componente de nucleação usados na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00338] Exemplos dos compostos de amida acima descritos na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00339] Ademais, os exemplos de compostos de amida diferentes dos acima descritos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00340] A quantidade do componente de nucleação acima descrito a ser usado está na faixa preferível de 0,001 a 0.5 partes em massa, mais preferível de 0,005 a 0,3 partes em massa, com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização. Quando a quantidade do componente de nucleação for menor do que 0,001 partes em massa, as ações e efeitos da nucleação podem não ser alcançados, ao passo que quando a quantidade for de 0,5 partes em massa ou superior, os efeitos de adicionar o nucleador podem não ser alcançados em um caso em que o

polímero de olefina obtido pelo método de produção da presente invenção seja somente moldado, que não é econômico.

[00341] No método de produção da presente invenção, o componente de nucleação dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um organoalumínio e um solvente orgânico é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina. O local da adição não está particularmente restrito e o componente de nucleação pode ser adicionado a qualquer um, por exemplo, de um sistema de polimerização, um sistema de catalisador e uma tubulação.

[00342] Nos casos em que o componente de nucleação é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina, o componente de nucleação pode ser misturado com um composto de organoalumínio, ou o componente de nucleação pode ser dispersado em um solvente orgânico e um composto de organoalumínio é então adicionado nele para dissolver o componente de nucleação. Acredita-se que o componente de nucleação é desta forma mascarado com o composto de organoalumínio.

[00343] Como o composto de organoalumínio, os mesmos que aqueles exemplificados acima podem ser usados da mesma maneira.

[00344] No método de produção da presente invenção, um dito composto de organoalumínio que permite que o componente de nucleação mascarado com o composto de organoalumínio seja regenerado por um tratamento com um composto doador de hidrogênio tal como água, um álcool ou um ácido é usado preferencialmente.

[00345] A razão de mistura do componente de nucleação acima descrito e o composto de organoalumínio é preferível 1/1.000 a 1/0,3 em termos da razão molar entre o componente de nucleação e do teor de alumínio do composto de organoalumínio. Quando a razão do componente de nucleação

for maior do que $1/0,3$, o componente de nucleação excessivo pode afetar de maneira adversa a atividade de polimerização do monômero de olefina, ao passo que quando a razão do componente de nucleação for menor do que $1/1.000$, o composto de organoalumínio pode permanecer no polímero de olefina resultante após a polimerização para causar uma redução nas propriedades físicas do polímero de olefina e afetar de maneira adversa um componente de metal catalisador, de modo que a polimerização não possa ser desempenhada conforme desejado.

[00346] Exemplos do solvente orgânico acima descrito incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima. Esses solventes orgânicos podem ser usados individualmente, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados combinados.

[00347] Dentre os solventes orgânicos acima descritos, n-hexano ou n-heptano é usado preferencialmente. A concentração do composto de organoalumínio no solvente orgânico está na faixa preferível de $0,001$ a 0.5 mol/l, particularmente preferível de $0,01$ a $0,1$ mol/l.

[00348] Exemplos do monômero de olefina usados na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00349] O método para produzir uma composição de resina de olefina para um material sanitário de acordo com a presente invenção compreende a etapa de polimerizar o monômero de olefina acima descrito com um fornecimento de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico antes ou durante a polimerização do monômero de olefina. A razão do monômero de olefina e o componente de nucleação é ajustada de modo que a quantidade do componente de nucleação se torne de $0,001$ a $0,5$ partes em massa com relação a 100 partes em

massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização do monômero de olefina.

[00350] Como um método de ajustar a quantidade do componente de nucleação com relação ao polímero de olefina para estar na faixa acima descrita, um método no qual a atividade de polimerização de um caso em que a polimerização é realizada sem adicionar o componente de nucleação é determinada e a polimerização é realizada sob as mesmas condições como no caso em que o componente de nucleação não é adicionado, porém com uma adição de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico de modo que a quantidade desejada do componente de nucleação seja misturado no polímero resultante, pode ser empregada. Alternativamente, um instrumento para ajustar a quantidade de cada componente a ser adicionado pode ser introduzido em um equipamento de polimerização e a polimerização pode ser realizada enquanto ajusta a quantidade misturada do componente de nucleação para estar na faixa acima descrita.

[00351] Na presente invenção, um polímero é obtido pela homopolimerização do monômero de olefina acima descrito ou por copolimerização incluindo o monômero de olefina, e exemplos do polímero incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00352] A polimerização do monômero de olefina pode ser desempenhada na presença de um catalisador de polimerização em uma atmosfera de gás inerte tal como nitrogênio; no entanto, ela também pode ser desempenhada no solvente orgânico acima descrito. Ademais, um composto de hidrogênio ativo, uma portadora de partícula, um composto de organoalumínio, um composto de camada de íon permutável e/ou um silicato inorgânico pode ser adicionado em tal quantidade que não inibe a polimerização.

[00353] Na presente invenção, o catalisador de polimerização acima descrito não está particularmente restrito, e qualquer catalisador de polimerização conhecido pode ser usado. Exemplos dos mesmos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00354] Na presente invenção, o método de polimerizar o monômero de olefina não está particularmente restrito, e qualquer método conhecido pode ser empregado. Exemplos dos mesmos incluem um método de polimerização de pasta aquosa no qual a polimerização é realizada em um solvente inerte tal como um hidrocarboneto alifático (e.g., butano, pentano, hexano, heptano ou isooctano), um hidrocarboneto alicíclico (e.g., ciclopentano, ciclohexano ou metilciclohexano), um hidrocarboneto aromático (e.g. tolueno, xileno ou etilbenzeno), uma fração de gasolina ou uma fração de diesel hidrogenado; um método de polimerização de fase gasosa no qual a polimerização é realizada em uma fase gasosa; um método de polimerização a granel no qual o próprio monômero de olefina é usado como um solvente; um método de polimerização de solução no qual um polímero é gerado em uma forma líquida; um método de polimerização que combina esses métodos; um método para produzir um homopolímero de olefina por polimerização do monômero de olefina em uma etapa única ou em etapas únicas; e um método de polimerização no qual um copolímero é produzido por copolimerização de propileno com pelo menos uma unidade de olefina (excluindo propileno) selecionada a partir do grupo que consiste de unidades de olefina que tem de 2 a 12 átomos de carbono. Ademais, esses métodos de produção podem ser usados independentemente de serem um tipo de lote ou um tipo contínuo.

[00355] Como um instrumento de polimerização a ser usado no método de polimerização acima descrito, um instrumento de reação contínua provido em um equipamento de polimerização

existente pode ser usado como ele é, e a presente invenção não está particularmente restrita pelo tamanho, formato, material e similares do equipamento de polimerização convencional.

[00356] Na presente invenção, no momento de polimerizar o monômero de olefina, conforme necessário, outro(s) aditivo(s) normalmente usado(s) em uma resina de olefina pode(m) ser ademais adicionado(s) em uma dita faixa que não afete de maneira adversa a polimerização. Nos casos em que dito(s) outro(s) aditivo(s) é/são adicionado(s) no momento de polimerizar o monômero de olefina, o(s) aditivo(s) pode(m) ser misturado(s) e agitado(s) com o nucleador e o composto de organoalumínio. Na reação por esse método, nos casos em que um composto produzido como um subproduto não afeta o produto de polimerização resultante, o(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) como estão; no entanto, nos casos em que o composto do subproduto afeta de maneira adversa o produto de polimerização, é preferido remover o composto por destilação a vácuo ou similares antes de utilizar o(s) aditivo(s). Alternativamente, outro(s) aditivo(s) pode(m) ser misturado(s) após a polimerização de olefina.

[00357] Ademais, mesmo se uma adição direta de outro(s) aditivo(s) afetar de maneira adversa a polimerização, desde que o efeito sobre a polimerização possa ser suprimido mascarando com um composto de organoalumínio, dito(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) no método para produzir uma composição de resina de olefina para um material sanitário de acordo com a presente invenção.

[00358] Exemplos de outros aditivos acima descritos incluem os mesmos que aqueles exemplificados para a primeira modalidade da presente invenção.

[00359] As quantidades preferidas dos respectivos aditivos a serem usadas em um polímero de olefina obtido

pelo método de produção da presente invenção podem ser configuradas nas mesmas faixas conforme descrito acima. É observado que as quantidades de uso indicam as quantidades finais dos respectivos aditivos usados em um artigo moldado obtido utilizando uma composição de resina de olefina produzida pelo método de produção da presente invenção.

[00360] A composição de resina de olefina para um material sanitário de acordo com a presente invenção pode ser moldada da mesma maneira como plástico comum por moldagem por extrusão, moldagem por injeção, moldagem oca, moldagem por sopro, moldagem a vácuo, moldagem por compressão ou similares, e uma variedade de artigos moldados tal como películas, lençóis, hastes, frascos, recipientes, fibras e artigos moldados ocos pode ser desta forma facilmente obtida. A composição de resina de olefina pode ser usada em recipientes de alimentos, embalagens de alimentos, equipamentos médicos tal como canos de seringa, produtos higiênicos tal como fraldas descartáveis, absorventes higiênicos, canos de água e similares.

[00361] A composição de resina de olefina obtida pelo método de produção da presente invenção aperfeiçoou propriedades físicas por causa do nucleador misturado nele e a migração do nucleador misturado à superfície ou fora é inibida; portanto, a composição de resina de olefina é adequado para materiais sanitários que espera-se que entrem em contato com uma variedade de coisas. Particularmente o método de produção da presente invenção pode render uma composição de resina de olefina que não mostre embassamento, preferível em um teste de embassamento estabelecido em ISO-6452 (Padrão Internacional estabelecido pela Organização Internacional de Padrões) sob condições em que a temperatura de aquecimento é de 100°C, o tempo de aquecimento é de 5 horas e a temperatura de resfriamento é de 50°C.

[Terceiro Modo de executar a quarta modalidade da presente invenção]

[00362] O método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com o terceiro modo de executar a quarta modalidade da presente invenção (doravante, também chamado como "O método de produção da presente invenção") será agora descrito em detalhes.

[00363] O método de produção da presente invenção é um método para produzir uma composição de resina de olefina capaz de produzir um artigo moldado que tem um módulo de flexão, que é medido de acordo com ISO178 (padrão internacional estabelecido pela Organização Internacional de Padrões), não inferior a 1.600 MPa. O ISO178 estabelece um método de medição no qual, utilizando uma peça de teste, após medir a tensão associada com deslocamento de um retalhador posicionado no centro de uma peça de teste de 4 mm de espessura, 10 mm de largura e 80 mm de comprimento, o módulo elástico dos mesmos é determinado em uma região em que uma relação linear é estabelecida entre o deslocamento e a tensão, e a resistência à flexão é determinada com base na tensão no ponto de rendimento. Preferivelmente, uma composição de resina de olefina capaz de produzir um artigo moldado que tem um módulo de flexão, que é medido de acordo com ISO178, não inferior a 2,000 MPa pode ser produzido.

[00364] Enquanto uma composição de resina de olefina obtida pelo método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a presente invenção é capaz de produzir um artigo moldado que tem excelente rigidez conforme descrito acima, o método pode também produzir uma composição de resina de olefina que produz um artigo moldado no qual uma ocorrência de um defeito na aparência externa é inibida.

[00365] Os exemplos do componente de nucleação usados na presente invenção incluem nucleadores que se dissolvem em um

composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico. Aqueles nucleadores que não se dissolvem mostram dispersão ruim em uma resina, de modo que os efeitos da presente invenção podem não ser alcançados. É então necessário checar a solubilidade do componente de nucleação antes de executar o método de produção da presente invenção. Se um nucleador se dissolve ou não pode ser julgado por dissolução do nucleador no composto de organoalumínio ou no composto de organoalumínio e o solvente orgânico e examinando visualmente se um material residual é gerado.

[00366] Exemplos específicos de um dito composto incluem compostos representados pela Fórmula descrita (1), fosfatos de metal tal como fosfato de lítio-2,2'-metileno-bis(4,6-di-ter-butilfenil), e compostos de amida; no entanto, como um nucleador de composto por um composto de organoalumínio pode colorir o polímero resultante ou inibir a atividade de polimerização, um dito nucleador não pode ser usado no método de produção da presente invenção.

[00367] Na presente invenção, como o nucleador acima descrito, um composto representado pela Fórmula acima descrita (1) é usado preferencialmente.

[00368] Exemplos do componente de nucleação usados na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00369] Exemplos dos compostos de amida acima descritos na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00370] Ademais, exemplos de compostos de amida diferentes dos acima descritos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00371] A quantidade do componente de nucleação acima descrito a ser usado está na faixa preferível de 0,001 a 0,5

partes em massa, mais preferível 0,005 a 0,3 partes em massa, com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização. Quando a quantidade do componente de nucleação é menor do que 0,001 partes em massa, as ações e efeitos da nucleação podem não ser alcançados, ao passo que quando a quantidade for de 0,5 partes em massa ou superior, os efeitos de adicionar o nucleador podem não ser alcançados em um caso em que o polímero de olefina obtido pelo método de produção da presente invenção seja somente moldado, que não é econômico.

[00372] No método de produção da presente invenção, o componente de nucleação dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um organoalumínio e um solvente orgânico é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina. O local da adição não está particularmente restrito e o componente de nucleação pode ser adicionado a qualquer um de, por exemplo, um sistema de polimerização, um sistema de catalisador e uma tubulação.

[00373] Nos casos em que o componente de nucleação é adicionado antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina, o componente de nucleação pode ser misturado com um composto de organoalumínio, ou o componente de nucleação pode ser dispersado em um solvente orgânico e um composto de organoalumínio é então adicionado nele para dissolver o componente de nucleação. Acredita-se que o componente de nucleação é desta forma mascarado com o composto de organoalumínio.

[00374] Como o composto de organoalumínio, os mesmos que aqueles exemplificados acima podem ser usado da mesma maneira.

[00375] No método de produção da presente invenção, um dito composto de organoalumínio que permite que o componente de nucleação mascarado com o composto de organoalumínio seja

regenerado por um tratamento com um composto doador de hidrogênio tal como água, um álcool ou um ácido é usado preferencialmente.

[00376] A razão de mistura do componente de nucleação acima descrito e composto de organoalumínio é preferível 1/1.000 a 1/0,3 em termos da razão molar entre o componente de nucleação e do teor de alumínio do composto de organoalumínio. Quando a razão do componente de nucleação é maior do que 1/0.3, existe um problema que o componente de nucleação excessivo afetar de maneira adversa a atividade de polimerização do monômero de olefina, ao passo que quando a razão do componente de nucleação é menor do que 1/1.000, o composto de organoalumínio pode permanecer no polímero de olefina resultante após a polimerização para causar uma redução nas propriedades físicas do polímero de olefina e afetar de maneira adversa um componente de metal catalisador, de modo que a polimerização não possa ser desempenhada conforme desejado.

[00377] Exemplos do solvente orgânico acima descrito incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima. Esses solventes orgânicos podem ser usados individualmente, ou dois ou mais dos mesmos podem ser usados combinados.

[00378] Dentre os solventes orgânicos acima descritos, n-hexano ou n-heptano é usado preferencialmente. A concentração do composto de organoalumínio no solvente orgânico está na faixa preferível de 0,001 a 0.5 mol/l, particularmente preferível de 0,01 a 0,1 mol/l.

[00379] Exemplos do monômero de olefina usados na presente invenção incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00380] O método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a presente invenção compreende a etapa de polimerizar o monômero de olefina acima descrito

com um fornecimento de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico antes ou durante a polimerização do monômero de olefina. A razão do monômero de olefina e o componente de nucleação é ajustada de modo que a quantidade do componente de nucleação se torne de 0,001 a 0,5 partes em massa com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização do monômero de olefina.

[00381] Como um método de ajustar a quantidade do componente de nucleação com relação ao polímero de olefina para estar na faixa acima descrita, um método no qual a atividade de polimerização de um caso em que a polimerização é realizada sem adicionar o componente de nucleação é determinado e a polimerização é realizada sob as mesmas condições como no caso em que o componente de nucleação não é adicionado, porém com uma adição de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico de modo que a quantidade desejada do componente de nucleação é misturado no polímero resultante, pode ser empregado. Alternativamente, um instrumento para ajustar a quantidade de cada componente a ser adicionado pode ser introduzido em um equipamento de polimerização e a polimerização pode ser realizada enquanto ajusta a quantidade misturada do componente de nucleação para estar na faixa acima descrita.

[00382] Na presente invenção, um polímero de olefina é obtido pela homopolimerização do monômero de olefina acima descrito ou por copolimerização incluindo o monômero de olefina, e exemplos dos mesmos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00383] A polimerização do monômero de olefina pode ser desempenhada na presença de um catalisador de polimerização em uma atmosfera de gás inerte tal como nitrogênio; no

entanto, ela também pode ser desempenhada no solvente inerte acima descrito. Ademais, um composto de hidrogênio ativo, uma portadora de partícula, um composto de organoalumínio, um composto de camada de íon permutável e/ou um silicato inorgânico pode ser adicionado em tal quantidade que não inibe a polimerização.

[00384] Na presente invenção, o catalisador de polimerização acima descrito não está particularmente restrito, e qualquer catalisador de polimerização conhecido pode ser usado. Exemplos dos mesmos incluem os mesmos que aqueles exemplificados acima.

[00385] Na presente invenção, o método de polimerizar o monômero de olefina não está particularmente restrito, e qualquer método conhecido pode ser empregado. Exemplos dos mesmos incluem um método de polimerização de pasta aquosa no qual polimerização é realizada em um solvente inerte tal como um hidrocarboneto alifático (e.g., butano, pentano, hexano, heptano ou isooctano), um hidrocarboneto alicíclico (e.g., ciclopentano, ciclohexano ou metilciclohexano), um hidrocarboneto aromático (e.g. tolueno, xileno ou etilbenzeno), uma fração de gasolina ou uma fração de diesel hidrogenado; um método de polimerização de fase gasosa no qual polimerização é realizada em uma fase gasosa; um método de polimerização a granel no qual o próprio monômero de olefina é usado como um solvente; um método de polimerização de solução no qual um polímero é gerado em uma forma líquida; um método de polimerização que combina esses métodos; um método para produzir um homopolímero de olefina por polimerização do monômero de olefina em uma etapa única ou em etapas únicas; e um método de polimerização no qual um copolímero é produzido por copolimerização de propileno com pelo menos uma unidade de olefina (excluindo propileno) selecionados a partir do grupo que consiste de unidades de

olefina que tem de 2 a 12 átomos de carbono. Ademais, esses métodos de produção podem ser usados independentemente de serem um tipo de lote ou um tipo contínuo.

[00386] Como um instrumento de polimerização a ser usado no método de polimerização acima descrito, um instrumento de reação contínua provido em um equipamento de polimerização existente pode ser usado como ele é, e a presente invenção não está particularmente restrita pelo tamanho, formato, material e similares do equipamento de polimerização convencional.

[00387] Na presente invenção, no momento de polimerizar o monômero de olefina, conforme necessário, outro(s) aditivo(s) normalmente usado(s) em uma resina de olefina pode(m) ser ademais adicionado(s) em uma dita faixa que não afete de maneira adversa a polimerização. Nos casos em que dito(s) outro(s) aditivo(s) é/são adicionado(s) no momento de polimerizar o monômero de olefina, o(s) aditivo(s) pode(m) ser misturado(s) e agitado(s) com o nucleador e o composto de organoalumínio. Na reação por esse método, nos casos em que um composto produzido como um subproduto não afeta o produto de polimerização resultante, o(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) como estão; no entanto, nos casos em que o composto do subproduto afeta de maneira adversa o produto de polimerização, é preferido remover o composto por destilação a vácuo ou similares antes de utilizar o(s) aditivo(s). Alternativamente, outro(s) aditivo(s) pode(m) ser misturado(s) após a polimerização de olefina.

[00388] Ademais, mesmo se uma adição direta de outro(s) aditivo(s) afetar de maneira adversa a polimerização, desde que o efeito sobre a polimerização possa ser suprimido mascarando com um composto de organoalumínio, dito(s) aditivo(s) pode(m) ser usado(s) no método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a presente invenção.

[00389] Exemplos de outros aditivos acima descritos incluem os mesmos que aqueles exemplificados para a primeira modalidade da presente invenção.

[00390] As quantidades preferidas dos respectivos aditivos a serem usadas em uma composição de resina de olefina obtido pelo método de produção da presente invenção pode ser configuradas nas mesmas faixas conforme descrito acima. É observado que as quantidades de uso indicam as quantidades finais dos respectivos aditivos usados em um artigo moldado obtido pela moldagem uma composição de resina de olefina produzido pelo método de produção da presente invenção.

[00391] Um artigo moldado obtido pela moldagem uma composição de resina de olefina produzida pelo método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a presente invenção mostra excelente rigidez e então tem desempenho prático como um material moldado para diversos materiais da vida diária bem como para diversas peças industriais tal como peças de automóveis e peças de eletrodomésticos. Dentre eles, o artigo moldado é adequado como um material moldado para componentes do interior e do exterior do automóvel, particularmente peças interiores tal como guarnições, pilares, guarnições de porta, painéis de instrumentos e consoles. Isto é, o método para produzir uma composição de resina de olefina de acordo com a presente invenção é adequado como um método para produzir uma composição de resina de olefina para materiais da vida diária, um método para produzir uma composição de resina de olefina para componentes do interior e do exterior do automóvel, e um método para produzir uma composição de resina de olefina para peças interiores.

EXEMPLOS

[00392] A presente invenção será agora descrita de maneira mais concreta por meio de exemplos de produção, exemplos e Exemplos Comparativos dos mesmos. No entanto, a presente invenção não está restrita a eles sob qualquer forma.

[Primeiro Exemplo]

[Exemplos de Produção 1-1-1 a 1-1-3]

(Preparação de Componente de catalisador sólido)

[00393] Após preparar uma solução homogênea pela adição e permitindo que 4,76 g (50 mmol) de cloreto de magnésio anidro, 25 ml de decano e 23,4 ml (150 mmol) de álcool 2-etilhexila para reagir sob aquecimento a 130°C por 2 horas, 1,11 g (7.5 mmol) de anidreto ftálico foi adicionado à solução homogênea assim obtida e a mistura resultante foi mantida com agitação a 130°C por 1 hora, desta forma dissolvendo anidreto ftálico na solução homogênea. Depois, essa solução homogênea foi resfriada até temperatura ambiente e a quantidade total dos mesmos foi carregada gota a gota em 200 ml (1,8 mol) de tetracloreto de titânio, que havia sido mantido em -20°C, durante um período de 1 hora. Daí em diante, o resultante foi aquecido até 110°C durante um período de 4 horas. Uma vez que a temperatura tenha atingido 110°C, 2,68 ml (12.5 mmol) de ftalato de dibutila foi adicionado e a mistura resultante foi deixada para reagir por 2 horas com agitação enquanto mantinha a temperatura a 110°C. Após a conclusão da reação, o resíduo resultante foi recuperado por filtração quente e re-suspenso em 200 ml de tetracloreto de titânio, e a suspensão foi deixada para reagir sob aquecimento a 110°C por 2 horas. Daí em diante, o resíduo resultante foi recuperado novamente por filtração quente e lavado intensamente com 110°C decano e hexano até que nenhum composto sem titânio seja detectado nas lavagens, obtendo desta forma um componente de catalisador sólido.

Quando uma porção desse componente de catalisador sólido foi examinada e seca para analisar a composição do catalisador, foi descoberto que o componente de catalisador sólido continha 3,1% por massa de titânio, 56,0% por massa de cloro, 17,0% por massa de magnésio e 20,9% por massa de ftalato de dibutila.

(Pré-polimerização)

[00394] A fim de ajustar a quantidade de nucleador a ser misturada no polímero de olefina resultante, a atividade de polimerização foi determinada em um caso em que a solução de nucleador não foi adicionada. A polimerização foi desempenhada sob as condições descritas abaixo.

(Condições de polimerização)

[00395] Em um autoclave cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, 600 ml de heptano, 303 mg de trietilalumínio, 0.26 mmol de diciclopentildimetoxisilano e uma pasta aquosa de heptano do componente de catalisador sólido produzido pelo método acima descrito (0.013 mmol em termos de Ti) foram sequencialmente adicionados e agitados. A atmosfera no autoclave foi substituída por propileno e a pré-polimerização foi realizada a 50°C por 5 minutos sob uma pressão de propileno de 1 kgf/cm²G. Após purgar o propileno, 340 ml de hidrogênio (23°C) foi soprada no autoclave e a temperatura foi elevada até 70°C para realizar a reação de polimerização a 70°C por 1 hora sob uma pressão de propileno de 6 kgf/cm²G. Daí em diante, a atmosfera no sistema foi substituída por gás nitrogênio e a reação de polimerização foi resfriada pela adição de 5 ml de etanol a 40°C. O solvente foi removido sob pressão reduzida a 50°C, e o produto de polimerização foi seco em vácuo a 40°C por 5 horas para obter um polímero. A atividade de polimerização do polímero assim obtido foi determinado para ser de 8,0 kg por 1 g do catalisador.

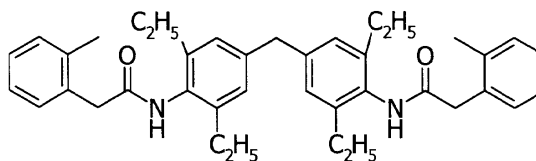
(Preparação do Solução do Componente do Nucleador)

[00396] Em um frasco cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, heptano foi adicionado em cada componente de nucleação de acordo com a formulação mostrada na Tabela 1. Enquanto a mistura resultante é agitada, trietilalumínio foi adicionada nela gota a gota para preparar uma solução do componente do nucleador que contém 20 mg/ml do componente de nucleação. P-2 é um dos componentes de nucleação exemplificados especificamente no acima. Na Tabela 1, na avaliação de "o" foi dada quando o componente de nucleação dissolvido na solução, e na avaliação de "x" foi dada quando o componente de nucleação não se dissolveu na solução.

[Tabela 1]

| | Componente de nucleação | | Solvente orgânico | | Composto de organoalumínio | | Solubilidade |
|---------------------------|-------------------------|-------------------|-------------------|-------------|----------------------------|-------------|--------------|
| | Nome do composto | Quantidade de [g] | Nome do composto | Volume [ml] | Nome do composto | Volume [ml] | |
| Exemplo de Produção 1-1-1 | P-2 | 3.3 | heptano | 160 | trietilalumínio | 6.9 | o |
| Exemplo de Produção 1-1-2 | Composto 1 | 3.3 | heptano | 154 | trietilalumínio | 11.5 | o |
| Exemplo de Produção 1-1-3 | Na-Bz | 0.6 | heptano | 38 | trietilalumínio | 12.0 | x |

[00397] (1) Composto 1: composto que tem a seguinte estrutura



[00398]

[00399] (2) Na-Bz: benzoato de sódio

[00400] [Exemplos de produção 1-2-1 a 1-2-5]

[00401] (Método de polimerização)

[00402] Um masterbatch foi obtido realizando a polimerização sob as mesmas condições que as condições de pré-polimerização acima descritas, exceto que cada solução do componente do nucleador foi adicionada na quantidade mostrada na Tabela 2 com relação a 100 partes em massa do polímero de olefina obtido pela polimerização, imediatamente antes da adição da pasta aquosa de heptano do componente de catalisador sólido; e que o heptano foi adicionado em tal quantidade que a quantidade total da solução resultante no autoclave se tornou 600 ml.

[Tabela 2]

| | Componente de nucleação | | | Atividade de polimerização |
|---------------------------|-------------------------|---|---|----------------------------|
| | Nome do composto | Quantidade de Solução do Componente do Nucleador [ml] | Quantidade de componente de nucleação com relação a 100 partes em massa de polímero [partes em massa] | |
| Exemplo de produção | | | | [g/g catalisador] |
| Pré-polimerização | - | 0 | 0 | 8.0×10^3 |
| Exemplo de Produção 1-2-1 | P-2 | 150 | 1.81 | 8.2×10^3 |
| Exemplo de Produção 1-2-2 | Composto 1 | 150 | 1.72 | 8.2×10^3 |
| Exemplo de Produção 1-2-3 | P-2 | 1.5 | 0.022 | 8.0×10^3 |

| | | | | |
|---------------------------|------------|-----|-------|-------------------|
| Exemplo de Produção 1-2-4 | Composto 1 | 7.5 | 0.092 | 8.1×10^3 |
| Exemplo de Produção 1-2-5 | Na-Bz | 10 | - | 2.5×10^2 |

[00403] A partir dos resultados dos exemplos de produção 1-2-1 a 1-2-4 mostrados na Tabela 2, foi confirmado que o suprimento de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico não tinha efeito sobre a atividade de polimerização; no entanto, a partir do exemplo de Produção 1-2-5, foi confirmado que a atividade de polimerização foi marcadamente reduzida quando um composto de organoalumínio e benzoato de sódio que não se dissolvem em um solvente orgânico foram usados.

(Moldagem)

[00404] De acordo com as quantidades mostradas na Tabela 3 ou 4 com relação a 100 partes em massa de cada polímero de olefina produzido nos respectivos exemplos de produção, o masterbatch e/ou diversos aditivos foram adicionados e misturados. Então, utilizando uma pequena máquina de moldagem por injeção para laboratório (fabricado por Xplore Instruments; Composto 15, Moldador de Injeção 12), a mistura resultante foi amaçada com derretimento a 230°C a fim de obter um fio. Esse fio foi peletizado e subsequentemente moldado por injeção utilizando a pequena máquina de moldagem por injeção acima descrita para laboratório em uma temperatura de injeção de 230°C e uma temperatura de matriz de 40°C, obtendo desta forma uma peça de teste em formato de placa de 50 mm × 50 mm × 2 mm.

[00405] Nos Exemplos 1-1-1 e 1-2-1, o masterbatch obtido no respectivo exemplo de produção mostrado em cada tabela foi misturado com o polímero de olefina e diversos aditivos foram ainda misturados no momento da granulação.

[00406] Nos exemplos comparativos 1-1-1, 1-1-2, 1-2-1 e 1-2-2, o polímero de olefina obtido pela pré-polimerização foi misturado com o polímero de olefina no lugar do masterbatch e diversos aditivos foram ainda misturados no momento da granulação.

[00407] Nos exemplos comparativos 1-1-3 e 1-2-3, um nucleador mostrado em cada tabela (ajustado para ter uma concentração de 20 mg/ml) foi misturado no momento da polimerização do polímero de olefina e diversos aditivos foram ainda misturados no momento da granulação.

(Avaliações)

[00408] Os fios e peças de teste em formato de placa obtido pelo método de produção acima descrito foram submetidos às seguintes avaliações. Os resultados dos mesmos estão mostrados na Tabela 3 ou 4.

[00409] Na tabela 3, a "quantidade misturada" do masterbatch representa a quantidade misturada do polímero de olefina (masterbatch) obtido em cada exemplo de produção quando, como componentes de resina, a quantidade total do polímero de olefina (masterbatch) obtido no Exemplo de Produção e o polímero de olefina obtido pela pré-polimerização é tomado como 100 partes em massa. A "quantidade misturada" de um aditivo adicionado no momento da polimerização e aquele de um aditivo adicionado no momento de granulação cada representa a quantidade misturada do respectivo aditivo com relação a 100 partes em massa dos componentes de resina. É observado aqui que, nos exemplos comparativos 1-1-1 e 1-1-2, somente o polímero de olefina obtido pela pré-polimerização foi usado e o polímero de olefina (masterbatch) obtido no exemplo de produção não foi misturado.

[00410] Ademais, na tabela 4, a "quantidade misturada" do masterbatch representa a quantidade misturada do polímero de

olefina (masterbatch) obtido em cada exemplo de produção quando a quantidade total do polímero de olefina (masterbatch) obtida no Exemplo de Produção e o polímero de olefina obtido pela pré-polimerização é tomado como 100 partes em massa. É observado aqui que, nos exemplos comparativos 1-2-1 e 1-2-2, somente o polímero de olefina obtido pela pré-polimerização foi usado e o polímero de olefina (masterbatch) obtido no exemplo de produção não foi misturado.

(Temperatura de cristalização)

[00411] Uma pequena quantidade de cada fio obtida acima foi retirada e sua temperatura de cristalização foi medida utilizando um calorímetro de digitalização diferencial (Diamond, fabricado por PerkinElmer Inc.). Quanto ao método de medição, em um quadro obtido pelo aquecimento do fio a partir de temperatura ambiente até 230°C em uma taxa de 50°C/min, mantendo o fio por 10 minutos e depois resfriando o fio até 50°C em uma taxa de -10°C/min, a temperatura na qual a reação endotérmica formou um topo de pico foi definida como a temperatura de cristalização. Os resultados de medição são mostrados na Tabela 3 ou 4 abaixo.

(Névoa)

[00412] Cada peça de teste em formato de placa obtido acima foi, após ser moldado por injeção, deixado em pé por pelo menos 48 horas em uma câmara de termostato a 23°C, e sua névoa foi medida utilizando HAZE GUARD II (fabricado por Toyo Seiki Seisaku-sho Ltd.). Os resultados dos mesmos estão mostrados na Tabela 3 ou 4 abaixo.

[Tabela 3]

| | Exemplo de produção | Masterbatch | Aditivo adicionado no momento de polimerização | Aditivo adicionado no momento de granulação | Resultados da avaliação |
|--|---------------------|-------------|--|---|-------------------------|
|--|---------------------|-------------|--|---|-------------------------|

| | | Quantidade e misturada [partes em massa] | Composto | Quantidade de misturada [partes em massa] | Composto | Quantidade de misturada [partes em massa] | Temperatura de cristalização [°C] | Névoa [%] |
|---------------------------------|----------------------------------|--|----------|--|--|--|--|--------------|
| Exemplo 1-1-1 | Exemplo de Produção 1-2-1 | 1.21 | P-2 | 0.022 | AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.05 0.05 0.05 0.08 | 133 | 69.4 |
| Exemplo Comparativo 1-1-1 | Pré- polimerização | 100 | - | - | AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.05 0.05 0.05 0.08 | 118 | 90.3 |
| Exemplo Comparativo 1-1-2 | Pré- polimerização | 100 | - | - | P-2 AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.022 0.05 0.05 0.05 0.08 | 128 | 87.8 |
| Exemplo Comparativo 1-1-3 | Exemplo de Produção 1- 2-3 | 100 | P-2 | 0.022 | AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.05 0.05 0.05 0.08 | 132 | 75.7 |

[00413] (3) AO-1: metano tetraquis[metileno-3-(3',5'-di-ter-butyl-4'-hidroxifenil)propionato]

[00414] (4) AO-2: fosfito tris(2,4-di-ter-butylfenil)

[00415] (5) DHT-4A: marca comercial, hidrotalcita fabricada por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.

[00416] (6) Na-St: estearato de sódio

[Tabela 4]

| | Exemplo de produção | Masterbatch | Aditivo adicionado no momento de polimerização | Aditivos adicionados no momento de granulação | Resultados da avaliação |
|--|---------------------------|-------------|--|---|----------------------------|
|--|---------------------------|-------------|--|---|----------------------------|

| | | Quantida de adiciona da [partes em massa] | Compo sto | Quantid ade misturad a [partes em massa] | Compo sto | Quantid ade misturad a [partes em massa] | Temperat ura de cristaliza ção [°C] | Név oa [%] |
|-------------------------------------|------------------------------------|---|----------------|--|--|--|---|------------------|
| Exemplo 1-2-1 | Exemplo de Produção 1-2-2 | 5.34 | Compo sto 1 | 0.092 | AO-1 AO-2 DHT- 4A | 0.05 0.05 0.05 | 126 | 86.9 |
| Exemplo Comparat ivo 1-2-1 | Pré- polimeriza ção | 100 | - | - | AO-1 AO-2 DHT- 4A | 0.05 0.05 0.05 | 117 | 90.0 |
| Exemplo Comparat ivo 1-2-2 | Pré- polimeriza ção | 100 | - | - | Compo sto 1 AO-1 AO-2 DHT- 4A | 0.092 0.05 0.05 0.05 | 118 | 89.3 |
| Exemplo Comparat ivo 1-2-3 | Exemplo de Produção 1-2-4 | 100 | Compo sto 1 | 0.092 | AO-1 AO-2 DHT- 4A | 0.05 0.05 0.05 | 119 | 88.1 |

[00417] Quando comparado com as composições de resina de propileno dos Exemplos Comparativos 1-1-1 e 1-2-1 nos quais nenhum nucleador foi misturado, as composições de resina dos Exemplos Comparativos 1-1-2 e 1-2-2 nas quais o nucleador e polímero de propileno foram amassados com derretimento mostraram ligeiro aperfeiçoamento na temperatura de cristalização e na transparência.

[00418] Além disso, de acordo com os resultados dos Exemplos Comparativos 1-1-3 e 1-2-3, apesar de as composições de resina nas quais o nucleador foi adicionado no momento da

polimerização terem mostrado superior temperatura de cristalização e transparência quando comparado com a composição de resina na qual o nucleador foi adicionado no momento da granulação, os efeitos de aperfeiçoamento estavam limitados.

[00419] Em contraste, a partir dos resultados dos exemplos 1-1-1 e 1-2-1, foi confirmado que a temperatura de cristalização e a transparência podem ser ainda aperfeiçoadas utilizando um masterbatch obtido pelo método de produção da presente invenção. Particularmente, no Exemplo 1-2-1 em que um composto de amida foi adicionado ao masterbatch, a temperatura de cristalização foi marcadamente aumentada.

[00420] A partir do acima mencionado, foi confirmado que uma composição de resina de olefina que tem excelentes ações e efeitos de um nucleador pode ser obtida utilizando um masterbatch de nucleação obtido pelo método para produzir um masterbatch de nucleação de acordo com a presente invenção.
[Segundo Exemplo]

[00421] [Exemplo de Produção 2-1]

[00422] [Exemplos 2-1 e 2-2, Exemplos Comparativos 2-1 a 2-5]

(Preparação do Componente de Catalisador Sólido)

[00423] Após preparar uma solução homogênea adicionando e permitindo que 4,76 g (50 mmol) de cloreto de magnésio anidro, 25 mL de decano e 23,4 mL (150 mmol) de álcool 2-etilhexila para reagir sob aquecimento a 130°C por 2 horas, 1.11 g (7.5 mmol) de anidreto ftálico foi adicionado à solução homogênea assim obtida e a mistura resultante foi mantida com agitação a 130°C por 1 hora, desta forma dissolvendo o anidreto ftálico na solução homogênea. Depois, essa solução homogênea foi resfriada até temperatura ambiente e a quantidade total dos mesmos foi carregada gota

a gota em 200 mL (1,8 mol) de tetracloreto de titânio, que havia sido mantido em -20°C , durante um período de 1 hora. Daí em diante, o resultante foi aquecido até 110°C durante um período de 4 horas. Uma vez que a temperatura tenha atingido 110°C , 2.68 mL (12,5 mmol) de ftalato de diisobutila foi adicionado e a mistura resultante foi deixada para reagir por 2 horas com agitação enquanto mantinha a temperatura em 110°C . Após a conclusão da reação, o resíduo resultante foi recuperado por filtração quente e re-suspenso em 200 mL de tetracloreto de titânio, e a suspensão foi deixada para reagir sob aquecimento a 110°C por 2 horas. Daí em diante, o resíduo resultante foi recuperado novamente por filtração quente e lavado intensamente com 110°C de decano e hexano até que nenhum composto sem titânio seja detectado nas lavagens, obtendo desta forma um componente de catalisador sólido. Quando uma parte desse componente catalisador de titânio sólido foi examinada e seca para analisar a composição do catalisador, foi descoberto que o componente de catalisador sólido continha 3,1% por massa de titânio, 56,0% por massa de cloro, 17,0% por massa de magnésio e 20,9% por massa de ftalato de isobutila.

(Preparação de Solução do Componente do Nucleador)

[00424] Em um frasco cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, 10 mg de heptano, 22 mg de trietilalumínio e o composto mostrados na Tabela 5 foram adicionados e misturados com agitação para preparar uma solução do componente do nucleador que contém 16 mg/mL do composto mostrado na Tabela 5. P-2 é um dos componentes de nucleação exemplificados especificamente no acima.

[00425] Para os casos em que nenhum composto está listado na coluna "Aditivo(s) adicionado(s) no momento de polimerização" da Tabela 5, uma solução misturada de 10 mg de heptano e 22 mg de trietilalumínio foi usada.

(Polimerização)

[00426] Em um autoclave cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, 600 mL de heptano, 303 mg de trietilalumínio, e a solução de nucleador então obtida na quantidade mostrada na Tabela 5 com relação a 100 partes em massa do polímero resultante foram adicionados. Então, 0,26 mmol de dicitlopentildimetoxisilano e uma pasta aquosa de heptano do componente de catalisador sólido acima (0,013 mmol em termos de Ti) foram sequencialmente adicionados e agitados. A atmosfera no autoclave foi substituída por propileno e pré-polimerização foi realizada a 50°C por 5 minutos sob uma pressão de propileno de 1 kgf/cm²G. Após purgar o propileno, 340 ml de hidrogênio (23°C) foi soprado no autoclave e a temperatura foi elevada até 70°C para realizar a reação de polimerização a 70°C por 1 hora sob uma pressão de propileno de 6 kgf/cm²G. Daí em diante, a atmosfera no sistema foi substituída por gás nitrogênio e a reação de polimerização foi resfriada pela adição de 5 ml de etanol a 40°C. O solvente foi então removido sob pressão reduzida a 50°C, e o produto de polimerização foi seco em vácuo a 40°C por 5 horas para obter um polímero.

[Exemplo de Produção 2-2]

[Exemplo 2-3]

(Preparação de Solução do Componente do Nucleador)

[00427] Uma solução que contém P-2 como um componente de nucleação foi preparada da mesma maneira como no Exemplo de Produção 2-1.

(Preparação Solução de Fenóxido)

[00428] Em um frasco cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, 10 ml de heptano, 54 mg de trietilalumínio e 161 mg de um antioxidante fenólico, amida de ácido estearil-3-(3,5-di-ter-butil-4-hidroxifenil)propionico, foram misturados com agitação para

mascarar o antioxidante fenólico e desta forma para preparar uma solução de estabilizador que tem uma concentração de antioxidante fenólico de 16 mg/ml.

(Preparação de Solução de Fosfito)

[00429] Em um frasco cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, 144 mg de um antioxidante à base de fósforo, fosfito tris(2,4-di-t-butilfenil), foi adicionado, e 6 mL de heptano foi ainda admisturado nele com agitação para preparar uma solução de fosfito que tem um antioxidante à base de concentração de fósforo de 24 mg/mL.

(Polimerização)

[00430] Em uma autoclave cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, 600 ml de heptano e 303 mg de trietilalumínio, bem como a solução de nucleador acima descrita, solução de fenóxido e solução de fosfito nas quantidades respectivas mostrados na Tabela 5 com relação a 100 partes em massa do polímero resultante foram adicionados. Então, 0,26 mmol de diciclopentildimetoxisilano e uma pasta aquosa de heptano de um componente de catalisador sólido (0,013 mmol em termos de Ti) foram sequencialmente adicionados e agitados. O componente de catalisador sólido usado aqui foi o mesmo que o preparado no Exemplo 2-1. A atmosfera no autoclave foi substituída por propileno e a pré-polimerização foi realizada a 50°C por 5 minutos sob uma pressão de propileno de 1 kgf/cm²G. Após purgar o propileno, 340 ml de hidrogênio (23°C) foi soprado no autoclave e a temperatura foi elevada até 70°C para realizar a reação de polimerização a 70°C por 1 hora sob uma pressão de propileno de 6 kgf/cm²G. Daí em diante, a atmosfera no sistema foi substituída por gás nitrogênio e a reação de polimerização foi resfriada pela adição de 5 ml de etanol a 40°C. O solvente foi então removido sob pressão reduzida a 50°C, e

o produto de polimerização foi seco em vácuo a 40°C por 5 horas para obter um polímero.

(Moldagem)

[00431] De acordo com as quantidades mostradas na Tabela 5 com relação a 100 partes em massa de cada polímero produzido nos Exemplos de Produção acima descritos 2-1 e 2-2, os respectivos aditivos foram adicionados e misturados. Depois, utilizando uma pequena máquina de moldagem por injeção para laboratório (fabricado por Xplore Instruments; Composto 15, Moldador por Injeção 12), a mistura resultante foi amassada com derretimento a 230°C a fim de obter um fio. Ademais, esse fio foi moldado por injeção utilizando a pequena máquina de moldagem por injeção acima descrita para laboratório em uma temperatura de injeção de 230°C e uma temperatura de matriz 40°C, obtendo desta forma uma peça de teste em formato de placa com 50 mm × 90 mm × 2 mm.

(Avaliações)

[00432] Os fios e peças de teste em formato de placa obtidos pelo método de produção acima descritos foram submetidos às seguintes avaliações. Os resultados dos mesmos são mostrados na Tabela 5.

(Temperatura de cristalização)

[00433] Uma pequena quantidade de cada fio obtido acima foi retirada e sua temperatura de cristalização foi medida utilizando um calorímetro de digitalização diferencial (Diamond, fabricado por PerkinElmer Inc.). Quanto ao método de medição, em um quadro obtido pelo aquecimento do fio a partir de temperatura ambiente até 230°C em uma taxa de 50°C/min, mantendo o fio por 10 minutos e depois resfriando o fio até 50°C em uma taxa de -10°C/min, a temperatura na qual a reação endotérmica formou um topo de pico foi definida como a temperatura de cristalização. Os resultados de medição são mostrados na Tabela 5 abaixo.

(Névoa)

[00434] Cada peça de teste em formato de placa obtida acima foi, após ser moldado por injeção, deixado em pé por pelo menos 48 horas em uma câmara de termostato a 23°C, e a sua névoa foi medida utilizando HAZE GUARD II (fabricado por Toyo Seiki Seisaku-sho Ltd.). Os resultados dos mesmos são mostrados na Tabela 5 abaixo.

[Tabela 5]

| | Aditivo(s) adicionado(s) no momento de polimerização (Primeira etapa) | | Aditivos adicionado no momento de granulação (Segunda etapa) | | Temperatura de cristalização [°C] | Névoa [%] |
|-------------------------|---|--|--|--|-----------------------------------|-----------|
| | Composto | Quantidade misturada [partes em massa] | Composto | Quantidade misturada [partes em massa] | | |
| Exemplo 2-1 | P-2 | 0.02 | Na-St AO-1 AO-2 DHT-4A | 0.08 0.05 0.05 0.05 | 131.8 | 75.6 |
| Exemplo 2-2 | P-2 | 0.02 | Li-St AO-1 AO-2 DHT-4A | 0.08 0.05 0.05 0.05 | 128.4 | 75.1 |
| Exemplo 2-3 | P-2 AO-2 AO-3 | 0.02 0.075 0.025 | Li-St DHT-4A | 0.08 0.05 | 128.3 | 75.0 |
| Exemplo Comparativo 2-1 | - | - | AO-1 AO-2 DHT-4A | 0.05 0.05 0.05 | 117.9 | > 90 |
| Exemplo Comparativo 2-2 | P-2 | 0.02 | AO-1 AO-2 DHT-4A | 0.05 0.05 0.05 | 118.0 | 89.4 |
| | - | - | P-2 | 0.02 | 127.6 | 87.8 |

| | | | | | | |
|-------------------------|---|---|--------|------|-------|------|
| Exemplo Comparativo 2-3 | | | Na-St | 0.08 | | |
| | | | AO-1 | 0.05 | | |
| | | | AO-2 | 0.05 | | |
| | | | DHT-4A | 0.05 | | |
| Exemplo Comparativo 2-4 | - | - | P-2 | 0.02 | 127.8 | 75.3 |
| | | | Li-St | 0.08 | | |
| | | | AO-1 | 0.05 | | |
| | | | AO-2 | 0.05 | | |
| | | | DHT-4A | 0.05 | | |
| Exemplo Comparativo 2-5 | - | - | Na-St | 0.08 | 118.0 | > 90 |
| | | | AO-1 | 0.05 | | |
| | | | AO-2 | 0.05 | | |
| | | | DHT-4A | 0.05 | | |

[00435] 1) Na-St: estearato de sódio

[00436] 2) Li-St: estearato de lítio

[00437] 3) AO-1: metano tetraquis[metileno-3-(3',5'-di-
t-butil-4'-hidroxifenil)propionato]

[00438] 4) AO-2: fosfito tris(2,4-di-ter-butilfenil)

[00439] 5) AO-3: amida de ácido estearil-3-(3,5-di-ter-
butil-4-hidroxifenil)propiônico

[00440] 6) DHT-4A: hidrotalcita (fabricada por Kyowa
Chemical Industry Co., Ltd.)

[00441] A partir dos resultados do Exemplo Comparativo 2-
2, foi confirmado que o efeito de promoção de cristalização
foi pequeno quando no carboxilato de metal alifático foi
misturado em uma segunda etapa.

[00442] Além disso, de acordo com os resultados dos
Exemplo Comparativos 2-3 e 2-4, o efeito de promoção de
cristalização não foi satisfatório quando nenhum componente
de nucleação foi adicionado no momento de realizar a
polimerização na primeira etapa.

[00443] Em contraste, a partir dos resultados dos
exemplos 2-1 e 2-2, os polímeros produzidos pelo método da
presente invenção mostrou excelente efeito de promoção de

cristalização bem como excelente efeito de aperfeiçoar a transparência. A partir do acima mencionado, é visto que um artigo moldado mostrando excelente efeito de promoção de cristalização e excelente transparência pode ser obtido pela moldagem de um polímero obtido pelo método de produção da presente invenção.

[00444] Ademais, a partir dos resultados do Exemplo 2-3, foi confirmado que a adição do componente de nucleação representada pela Fórmula (1) e outros aditivos em um sistema de polimerização tinha pouco efeito sobre as propriedades físicas do artigo moldado resultante.

[00445] Ademais, nos casos em que um polímero obtido pela primeira etapa é usado como um masterbatch no método para produzir uma composição de resina à base de poliolefina de acordo com a presente invenção, o masterbatch pode também ser produzido incorporando um nucleador representado pela Fórmula (1) em uma quantidade de não menos que 10 partes em massa com relação a 100 partes em massa do polímero.

[Terceiro Exemplo]

(Preparação de Componente de Catalisador Sólido)

[00446] Após preparar uma solução homogênea adicionando e permitindo que 4.76 g (50 mmol) de cloreto de magnésio anidro, 25 ml de decano e 23.4 ml (150 mmol) de álcool 2-etilhexila para reagir sob aquecimento a 130°C por 2 horas, 1.11 g (7.5 mmol) de anidreto ftálico foi adicionado à solução homogênea assim obtida e a mistura resultante foi mantida com agitação a 130°C por 1 hora, desta forma dissolvendo anidreto ftálico na solução homogênea. Depois, essa solução homogênea foi resfriada até temperatura ambiente e a quantidade total dos mesmos foi carregada gota a gota em 200 ml (1.8 mol) de tetracloreto de titânio, que havia sido mantido em -20°C, durante um período de 1 hora. Daí em diante, o resultante foi aquecido até 110°C durante

um período de 4 horas. Uma vez que a temperatura tenha atingido 110°C, 2.68 ml (12.5 mmol) de ftalato de dibutila foi adicionado e a mistura resultante foi deixada para reagir por 2 horas com agitação enquanto mantinha a temperatura a 110°C. Após a conclusão da reação, o resíduo resultante foi recuperado por filtração quente e re-suspensão em 200 ml de tetracloreto de titânio, e a suspensão foi deixada para reagir sob aquecimento a 110°C por 2 horas. Daí em diante, o resíduo resultante foi recuperado novamente por filtração quente e lavado intensamente com decano e hexano a 110°C até que nenhum composto sem titânio seja detectado nas lavagens, obtendo desta forma um componente de catalisador sólido. Quando uma porção desse componente de catalisador sólido foi examinada e seca para analisar a composição do catalisador, foi descoberto que o componente de catalisador sólido continha 3,1% por massa de titânio, 56,0% por massa de cloro, 17,0% por massa de magnésio e 20,9% por massa de ftalato de dibutila.

(Pré-polimerização)

[00447] A fim de ajustar a quantidade de nucleador a ser misturada no polímero de olefina resultante, a atividade de polimerização foi determinada em um caso em que a solução de nucleador não foi adicionada. A polimerização foi desempenhada sob as condições descritas abaixo.

(Condições de polimerização)

[00448] Em um autoclave cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, 600 ml de heptano, 303 mg de trietilalumínio, 0,26 mmol de diciclopentildimetoxisilano e uma pasta aquosa de heptano do componente de catalisador sólido produzido pelo método acima descrito (0,013 mmol em termos de Ti) foram sequencialmente adicionados e agitados. A atmosfera no autoclave foi substituída por propileno e a pré-polimerização foi realizada a 50°C por 5 minutos sob uma

pressão de propileno de 1 kgf/cm²G. Após purgar o propileno, 340 ml de hidrogênio (23°C) foi soprada no autoclave e a temperatura foi elevada até 70°C para realizar a reação de polimerização a 70°C por 1 hora sob uma pressão de propileno de 6 kgf/cm²G. Daí em diante, a atmosfera no sistema foi substituída por gás nitrogênio e a reação de polimerização foi resfriada pela adição de 5 ml de etanol a 40°C. O solvente foi removido sob pressão reduzida a 50°C, e o produto de polimerização foi seco em vácuo a 40°C por 5 horas para obter um polímero. A atividade de polimerização do polímero assim obtido foi determinado para ser 8,0 kg por 1 g do catalisador.

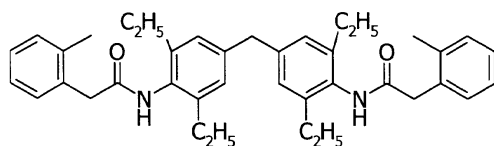
(Preparação de Solução do Componente do Nucleador)

[00449] Em um frasco cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, heptano foi adicionado em cada componente de nucleação de acordo com a formulação mostrada na Tabela 6. Enquanto a mistura resultante é agitada, trietilalumínio foi adicionada nela gota a gota para preparar uma solução do componente do nucleador que contém 20 mg/ml do componente de nucleação. P-2 é um dos componentes de nucleação exemplificados especificamente no acima.

[Tabela 6]

| | Componente de nucleação | | Solvente orgânico | | Composto de organoalumínio | | Solubilidade |
|-----------|-------------------------|---------------------------|-------------------|-------------|----------------------------|-------------|--------------|
| | Nome do composto | Quantidade adicionada [g] | Nome do composto | Volume [ml] | Nome do composto | Volume [ml] | |
| Solução A | P-2 | 3.3 | heptano | 160 | trietilalumínio | 6.9 | o |
| Solução B | Composto 1 | 3.3 | heptano | 154 | trietilalumínio | 11.5 | o |
| Mistura C | Na-Bz | 0.6 | heptano | 38 | trietilalumínio | 12.0 | × |

[00450] (1) Composto 1: composto que tem a seguinte estrutura



[00451] (2) Na-Bz: benzoato de sódio
(Polimerização)

[00452] Polimerização foi realizada sob as mesmas condições que as condições de pré-polimerização acima descritas, exceto que a solução do componente do nucleador foi adicionada na quantidade mostrada na Tabela 7 com relação a 100 partes em massa do polímero de olefina obtido pela polimerização, imediatamente antes da adição da pasta aquosa de heptano do componente de catalisador sólido; e que o heptano foi adicionado em tal quantidade que a quantidade total da solução resultante no autoclave se tornou 600 ml. Etanol não foi adicionado.

[00453] É observado aqui que, quando a Mistura C foi suprido durante a polimerização de monômero de olefina, como a atividade de polimerização foi baixa, o monômero de olefina resultante não foi obtido em uma quantidade necessária para moldagem.

[00454] [Exemplo 3-1-1]

[00455] Um gás de nitrogênio de alta pureza disponível comercialmente foi passado através da água para obter um gás nitrogênio que tem um teor de água de 1.2×10^{-3} em termos da razão de volume com relação a 1 volume de nitrogênio. Então, cada polímero de olefina obtido pelo método de produção acima descrito foi transferido para uma coluna de purga com o polímero de olefina que contém o solvente, e o solvente foi transferido para uma linha de luz sob atmosfera de nitrogênio para remoção. Após a remoção do solvente, um fluxo do gás nitrogênio acima descrito foi introduzido no polímero de olefina resultante em uma taxa de fluxo de 100

ml/min por 2 horas a fim de realizar o tratamento de regeneração do componente de nucleação contido no polímero de olefina.

[Exemplo 3-1-2]

[00456] Exemplo 3-1-2 foi executado da mesma maneira que o Exemplo 3-1-1 acima descrito, exceto que um gás nitrogênio que tem um teor de água de 1.0×10^{-2} em termos da razão de volume com relação a 1 volume de nitrogênio foi usado no lugar do gás nitrogênio que tem um teor de água de 1.2×10^{-3} em termos da razão de volume com relação a 1 volume de nitrogênio.

[Exemplo 3-1-3]

[00457] Exemplo 3-1-3 foi executado da mesma maneira que o Exemplo 3-1-1 acima descrito, exceto que o metanol foi usado no lugar de água.

[Exemplo 3-1-4]

[00458] Exemplo 3-1-4 foi executado da mesma maneira que o Exemplo 3-1-1 acima descrito, exceto que o etanol foi usado no lugar de água.

[Exemplo 3-1-5]

[00459] O polímero de olefina obtido no Exemplo de Produção 3-1-1 foi transferido para uma coluna de purga com o polímero de olefina que contém o solvente, e o solvente foi transferido para uma linha de luz sob atmosfera de nitrogênio para remoção. Então, a partir de uma parte inferior de uma coluna de purga cilíndrica, um fluxo de vapor que tem uma pressão de 5 kPa foi introduzido em uma taxa de 100 ml/min por 2 horas e trazido em contato com o polímero de olefina.

[Exemplo Comparativo 3-1-1]

[00460] Exemplo Comparativo 3-1-1 foi executado da mesma maneira que o Exemplo 3-1-1 acima descrito, exceto que o gás nitrogênio foi usado como é sem ser passado através de água.

[Exemplo Comparativo 3-1-2]

[00461] Exemplo Comparativo 3-1-2 foi executado da mesma maneira que o Exemplo 3-1-1 acima descrito, exceto que água (não vapor) foi usado no lugar do gás nitrogênio que contém água.

(Avaliações)

[00462] Em 100 partes em massa de cada um dos polímeros de olefina assim obtidos, como um antioxidante fenólico, antioxidante à base de fósforo, hidrotalcita e carboxilato alifático de metal, 0.05 partes em massa de metano tetraquis[metileno-3-(3',5'-di-ter-butil-4'-hidroxifenil)propionato], 0,05 partes em massa de fosfito tris(2,4-di-ter-butilfenil), 0,05 partes em massa de DHT-4A (marca comercial; fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.) e 0,08 partes em massa de estearato de sódio foram misturados, respectivamente, e os aditivos foram também adicionados e misturados. Utilizando uma pequena máquina de moldagem por injeção para laboratório (fabricado por Xplore Instruments; Composto 15, Moldador por Injeção 12), a mistura resultante foi amassada com derretimento a 230°C a fim de obter um fio. Esse fio foi peletizado e subsequentemente moldado por injeção utilizando a pequena máquina de moldagem por injeção acima descrita para laboratório em uma temperatura de injeção de 230°C e uma temperatura de matriz 40°C, obtendo desta forma uma peça de teste em formato de placa de 50 mm × 50 mm × 2 mm.

(Nebulosidade)

[00463] A condição de cada uma das peças de teste em formato de placa assim obtidas foi visualmente observada. Os resultados dos mesmos estão mostrados na Tabela 7 abaixo.

(Quantidade de Volatilização)

[00464] Cada fio obtido acima foi cortado e 5 mg dos mesmos foi pesado para preparar uma amostra de medição.

Quanto à quantidade de volatilização, utilizando Thermo Plus 2/(TG-DTA Series) fabricado por Rigaku Corporation, a quantidade de redução de peso foi medida quando a temperatura da amostra de medição (5 mg) aquecida sob uma atmosfera de nitrogênio (taxa de fluxo: 200 ml/min) em uma taxa de aquecimento de 50°C/min atingiu 150°C a partir da temperatura ambiente, e a quantidade de volatilização (%) foi calculada pela seguinte equação.

[00465] Quantidade de Volatilização (%) = (Quantidade de redução de peso)/(Peso da amostra de medição - Quantidade de redução de peso) × 100

[00466] Os resultados dos mesmos estão mostrados na Tabela 7 abaixo.

[Tabela 7]

| | Nucleador adicionado no momento de polimerização | | Fluido | Substância doadora de próton [razão do volume com relação ao nitrogênio] | Nebulosidade e | Quantidade de Volatilização [%] |
|---------------|--|--|----------------|--|----------------|---------------------------------|
| | Composto | Quantidade misturada [partes em massa] | | | | |
| Exemplo 3-1-1 | P-2 | 0.022 | gás nitrogênio | água, 1.2×10^{-3} | não observado | 1.6 |
| Exemplo 3-1-2 | P-2 | 0.022 | gás nitrogênio | água, 1.0×10^{-2} | não observado | 3.3 |
| Exemplo 3-1-3 | P-2 | 0.022 | gás nitrogênio | metanol | não observado | 1.7 |
| Exemplo 3-1-4 | P-2 | 0.022 | gás nitrogênio | etanol | não observado | 2.0 |
| Exemplo 3-1-5 | P-2 | 0.022 | vapor | - | não observado | 3.2 |

| | | | | | | |
|---------------------------|-----|-------|------|-------------------|------------------------------|----|
| Exemplo Comparativo 3-1-1 | P-2 | 0.022 | - | - | Nebulosidad e foi observada. | - |
| Exemplo Comparativo 3-1-2 | P-2 | 0.022 | água | nenhum nitrogênio | não observado | 5< |

[00467] De acordo com os resultados do Exemplo Comparativo 3-1-1 mostrados na Tabela 7, quando nenhum dos gases nitrogênio que contêm água nem uma substância doadora de próton nem vapor foi introduzido, o nucleador não foi suficientemente regenerado e o artigo moldado não tinha suficiente transparência. Além disso, de acordo com os resultados do Exemplo Comparativo 3-1-2, quando o polímero de olefina foi tratado com água sem vapor, apesar de a transparência do artigo moldado ser aperfeiçoado, pois o polímero de olefina tinha um alto teor de água, ocorreu um fenômeno de formação de espuma durante a moldagem, tornando esse processo instável.

[00468] Em contraste, de acordo com os resultados dos Exemplos 3-1-1 e 3-1-2, os artigos moldados que têm excelente transparência foram obtidos a partir da composição de resinas de olefina produzidas pelo método da presente invenção em que um gás nitrogênio que contém água é trazido em contato com um polímero de olefina, e nenhum fenômeno de formação foi observado durante a moldagem. Além disso, a partir dos resultados dos Exemplos 3-1-3 e 3-1-4, foi confirmado que os efeitos da presente invenção podem ser alcançados mesmo quando uma substância doadora de próton tal como metanol ou etanol é usada no lugar de água. Ademais, a partir dos resultados do Exemplo 3-1-5, foi confirmado que os efeitos da presente invenção podem ser alcançados também quando vapor é trazido em contato com o polímero de olefina.

[Exemplo 3-2-1]

[00469] P-2 dissolvido com um composto de organoalumínio foi suprido na quantidade mostrados na Tabela 8 e, como um antioxidante fenólico, antioxidante à base de fósforo, hidrotalcita e carboxilato alifático de metal, 0,05 partes em massa de metano tetraquis[metileno-3-(3',5'-di-ter-butil-4'-hidroxifenil)propionato], 0,05 partes em massa de fosfito tris(2,4-di-ter-butilfenil), 0,05 partes em massa de DHT-4A (marca comercial; fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.) e 0,08 partes em massa de estearato de sódio, respectivamente, foram misturados com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela polimerização de um monômero de olefina. Depois, os aditivos foram ainda adicionados e misturados, e a mistura resultante foi granulada utilizando uma extrusora biaxial (PCM-30 fabricado por Ikegai Corp., temperatura de extrusão: 230°C, velocidade do parafuso: 50 rpm). Nessa granulação, o processo até o suprimento do polímero de olefina para a extrusora biaxial foi realizada sob uma atmosfera de nitrogênio e, enquanto realiza a sucção através das aberturas arranjadas na parte principal da extrusora biaxial e nos arredores do centro do parafuso, vapor foi injetado no barril entre a porta de alimentação do polímero de olefina e as aberturas em uma pressão de 15 kPa e a taxa de fluxo de 100 ml/min, obtendo desta forma uma pelota.

[Exemplo 3-2-2]

[00470] Uma pelota foi obtida da mesma maneira como no Exemplo 3-2-1 acima descrito, exceto que um gás nitrogênio que tem um teor de água de $1,0 \times 10^{-3}$ em termos da razão de volume com relação a 1 volume de nitrogênio foi introduzido em uma taxa de fluxo de 100 ml/min no lugar do vapor.

[Exemplo 3-2-3]

[00471] Uma pelota foi obtida da mesma maneira como no Exemplo 3-2-1 acima descrito, exceto que o nucleador foi

mudado a partir de P-2 até um polímero de olefina, Composto 1.

[Exemplo 3-2-4]

[00472] Exemplo 3-2-4 foi executado da mesma maneira que o Exemplo 3-2-2 acima descrito, exceto que o nucleador foi mudado a partir de P-2 até um polímero de olefina, Composto 1.

[Exemplo Comparativo 3-2-1]

[00473] Uma pelota foi obtida da mesma maneira como no Exemplo 3-2-1 acima descrito, exceto que nem a introdução de vapor nem a sucção através das aberturas foi realizada na granulação do polímero de olefina.

[Exemplo Comparativo 3-2-2]

[00474] Uma pelota foi obtida da mesma maneira como no Exemplo 3-2-3 acima descrito, exceto que nem a introdução de vapor nem a sucção através das aberturas foi realizada na granulação do polímero de olefina.

[Avaliação]

[00475] As pelotas obtidas nos Exemplos acima descritos e Exemplos Comparativos foram cada uma moldadas por injeção utilizando uma pequena máquina de moldagem por injeção para laboratório (fabricado por Xplore Instruments; Composto 15, Moldador por Injeção 12) em uma temperatura de injeção de 230°C e uma temperatura de matriz 40°C, obtendo desta forma uma peça de teste em formato de placa de 50 mm × 50 mm × 2 mm.

[00476] Para cada uma das peças de teste em formato de placa assim obtidas, a presença ou ausência de nebulosidade foi examinada. Os resultados dos mesmos são mostrados na Tabela 8.

[Tabela 8]

| | Nucleador adicionado no momento de polimerização | Pós-tratamento e processamento | Nebulosidade |
|--|--|--------------------------------|--------------|
|--|--|--------------------------------|--------------|

| | Composto | Quantidade misturada [partes em massa] | Injeção de vapor em granulação | Contato com nitrogênio que contém água em granulação | |
|---------------------------------|------------|---|-----------------------------------|---|--------------------------------|
| Exemplo 3-2-1 | P-2 | 0.022 | ○ | - | não observado |
| Exemplo 3-2-2 | P-2 | 0.022 | - | ○ | não observado |
| Exemplo 3-2-3 | Composto 1 | 0.092 | ○ | - | não observado |
| Exemplo 3-2-4 | Composto 1 | 0.092 | - | ○ | não observado |
| Exemplo Comparativo 3-2-1 | P-2 | 0.022 | - | - | Nebulosidade foi observada. |
| Exemplo Comparativo 3-2-2 | Composto 1 | 0.092 | - | - | Nebulosidade foi observada. |

[00477] De acordo com os resultados dos Exemplos Comparativos 3-2-1 e 3-2-2 mostrados na Tabela 8, os artigos moldados dos polímeros de olefina produzidos por um método diferente do método de produção da presente invenção não tinha suficiente transparência. Em contraste, a partir dos resultados dos Exemplos 3-2-1 até 3-2-4, foi confirmado que os artigos moldados obtidos a partir dos polímeros de olefina produzidos pelo método de produção da presente invenção tinham boa transparência.

[00478] A partir do acima mencionado, foi confirmado que, na presente invenção, um artigo moldado mostrando excelente transparência pode ser obtido injetando um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton, ou vapor, em uma extrusora quando se granula o polímero de olefina.

[Quarto Exemplo]

[00479] Nos Exemplos e Exemplos Comparativos, os valores da propriedade física foram medidos pelos seguintes métodos. (Preparação de Componente de Catalisador Sólido)

[00480] Após preparar uma solução homogênea adicionando e permitindo que 4,76 g (50 mmol) de cloreto de magnésio anidro, 25 ml de decano e 23.4 ml (150 mmol) de álcool 2-etilhexila para reagir sob aquecimento a 130°C por 2 horas, 1.11 g (7.5 mmol) de anidreto ftálico foi adicionado à solução homogênea assim obtida e a mistura resultante foi mantida com agitação a 130°C por 1 hora, desta forma dissolvendo anidreto ftálico na solução homogênea. Então, essa solução homogênea foi resfriada até temperatura ambiente e a quantidade total dos mesmos foi carregada gota a gota em 200 ml (1.8 mol) de tetracloreto de titânio, que havia sido mantido em -20°C, durante um período de 1 hora. Daí em diante, o resultante foi aquecido até 110°C durante um período de 4 horas. Uma vez que a temperatura tenha atingido 110°C, 2.68 ml (12.5 mmol) de ftalato de dibutila foi adicionado e a mistura resultante foi deixada para reagir por 2 horas com agitação enquanto mantinha a temperatura a 110°C. Após a conclusão da reação, o resíduo resultante foi recuperado por filtração quente e re-suspenso em 200 ml de tetracloreto de titânio, e a suspensão foi deixada para reagir sob aquecimento a 110°C por 2 horas. Daí em diante, o resíduo resultante foi recuperado novamente por filtração quente e lavado intensamente com decano e hexano a 110°C até que nenhum composto sem titânio seja detectado nas lavagens, obtendo desta forma um componente de catalisador sólido. Quando uma porção desse componente de catalisador sólido foi examinada e seca para analisar a composição do catalisador, foi descoberto que o componente de catalisador sólido continha 3,1% por massa de titânio, 56,0% por massa de cloro,

17,0% por massa de magnésio e 20,9% por massa de ftalato de dibutila.

(Pré-polimerização)

[00481] A fim de ajustar a quantidade de nucleador a ser misturada no polímero de olefina resultante, a atividade de polimerização foi determinada em um caso em que a solução de nucleador não foi adicionada. A polimerização foi desempenhada sob as condições descritas abaixo.

(Condições de polimerização)

[00482] Em um autoclave cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, 600 ml de heptano, 303 mg de trietilalumínio, 0,26 mmol de dicitlopentildimetoxisilano e uma pasta aquosa de heptano do componente de catalisador sólido produzido pelo método acima descrito (0,013 mmol em termos de Ti) foram sequencialmente adicionados e agitados. A atmosfera no autoclave foi substituída por propileno e a pré-polimerização foi realizada a 50°C por 5 minutos sob uma pressão de propileno de 1 kgf/cm²G. Após purgar o propileno, 340 ml de hidrogênio (23°C) foi soprado no autoclave e a temperatura foi elevada até 70°C para realizar a reação de polimerização a 70°C por 1 hora sob uma pressão de propileno de 6 kgf/cm²G. Daí em diante, a atmosfera no sistema foi substituída por gás nitrogênio e a reação de polimerização foi resfriada pela adição de 5 ml de etanol a 40°C. O solvente foi removido sob pressão reduzida a 50°C, e o produto de polimerização foi seco em vácuo a 40°C por 5 horas para obter um polímero. A atividade de polimerização do polímero assim obtido foi determinado para ser 8,0 kg por 1 g do catalisador.

(Preparação de Solução do Componente do Nucleador)

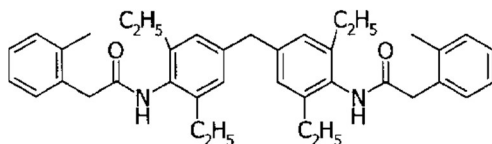
[00483] Em um frasco cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, heptano foi adicionado em cada componente de nucleação de acordo com a formulação mostrada

na Tabela 9. Enquanto a mistura resultante é agitada, trietilalumínio foi adicionado nela gota a gota para preparar uma solução do componente do nucleador que contém 20 mg/ml do componente de nucleação. P-2 é um dos componentes de nucleação exemplificados especificamente no acima. Na Tabela 9, na avaliação de "o" foi dada quando o componente de nucleação dissolvido na solução, e na avaliação de "x" foi dada quando o componente de nucleação não se dissolveu na solução.

[Tabela 9]

| | Componente de nucleação | | Solvente orgânico | | Composto de organoalumínio | | Solubilidade |
|---------------------------|-------------------------|---------------------------|-------------------|-------------|----------------------------|-------------|--------------|
| | Nome do composto | Quantidade adicionada [g] | Nome do composto | Volume [ml] | Nome do composto | Volume [ml] | |
| Exemplo de Produção 4-1-1 | P-2 | 3.3 | heptano | 160 | trietilalumínio | 6.9 | o |
| Exemplo de Produção 4-1-2 | Composto 1 | 3.3 | heptano | 154 | trietilalumínio | 11.5 | o |
| Exemplo de Produção 4-1-3 | Na-Bz | 0.6 | heptano | 38 | trietilalumínio | 12.0 | x |

[00484] (1) Composto 1: composto que tem a seguinte estrutura



[00485] (2) Na-Bz: benzoato de sódio
(Polimerização)

[00486] Polimerização foi realizada sob as mesmas condições que as condições de pré-polimerização acima descritas, exceto que a solução do componente do nucleador

foi adicionada na quantidade mostrada na Tabela 10 com relação a 100 partes em massa do polímero de olefina obtido pela polimerização, imediatamente antes da adição da pasta aquosa de heptano do componente de catalisador sólido; e que o heptano foi adicionado em tal quantidade que a quantidade total da solução resultante no autoclave se tornou 600 ml. É observado aqui que, quando a mistura do componente de nucleação, solvente orgânico, e composto de organoalumínio do Exemplo de Produção 4-1-3 foram supridos, como a atividade de polimerização foi baixa, o monômero de olefina resultante não foi obtido em uma quantidade necessária para moldagem. (Moldagem de Película Material)

[00487] Em 100 partes em massa de cada polímero produzido nos Exemplos de Produção acima descritos, os respectivos aditivos foram adicionados e misturados nas quantidades mostradas na Tabela 10. Então, a mistura resultante foi moldada por extrusão utilizando uma matriz T em uma temperatura de extrusão de 250°C para obter uma folha de película de 60 µm de espessura e com 300 mm de largura. É observado aqui que, nos Exemplos Comparativos 4-1 a 4-3, avaliações foram realizadas utilizando o polímero de olefina obtido pela pré-polimerização acima descrita.

(Moldagem de Material de Fibra)

[00488] Em 100 partes em massa de cada polímero obtido pelo método de produção acima descrito, os respectivos aditivos foram adicionados e misturados nas quantidades mostrados na Tabela 10. Então, a mistura resultante foi amassada utilizando uma extrusora uniaxial (aparelho: LABOPLASTOMILL Micro, fabricado por Toyo Seiki Seisaku-sho, Ltd.; temperatura de extrusão: 250°C; velocidade do parafuso: 50 rpm) e subsequentemente girou por um método de derretimento-sopro utilizando uma máquina de girar (bocal: 0.45 mmΦ, bocal de 30 furos; taxa de descarga: 1.0 g/min;

pressão de suprimento de ar: 0.7 kg/cm²) para obter uma fibra. É observado aqui que, nos Exemplos Comparativos 4-1 a 4-3, as avaliações foram realizadas utilizando o polímero de olefina obtido pela pré-polimerização acima descrita.

(Avaliações)

[00489] As películas e fibras obtidas pelos métodos de produção acima descritos foram submetidos às seguintes avaliações. Os resultados dos mesmos estão mostrados na Tabela 10.

<Avaliação de Película Material>

(Aparência externa)

[00490] Nas chapas obtidas pelo método descrito, na avaliação de "o" foi dada quando nenhuma anormalidade foi descoberta como um resultado de visualmente examinar a presença de uma marca de fluxo, substância estranha ou similares, e na avaliação de "x" foi dada quando uma marca de fluxo ou uma substância estranha foi observada. Os resultados da avaliação estão mostrados na Tabela 10.

(Módulo de Tensão Elástica)

[00491] O Módulo de Tensão Elástica foi determinada de acordo com o método de teste de película estabelecido em ISO527-3. A partir de cada artigo moldado em formato de chapa, uma peça de teste retangular de 10 mm × 150 mm em tamanho foi cortado, e essa peça de teste foi esticada em uma distância de arremesso de 10 cm e uma taxa de tração de 10 cm/min para medir o Módulo de Tensão Elástica. Os resultados dos mesmos estão mostrados na Tabela 10.

<Avaliação de Aplicação de Material de Fibra>

(Ruptura de Linha durante Giro)

[00492] Durante o processo de girar, as proximidades do bocal de giro foi iluminado com luz por trás para observar visualmente a condição de Ruptura de Linha (presença ou ausência de ruptura de linha). Na avaliação de "o" foi dada

quando nenhuma ruptura de linha foi observada após 1 hora de processamento, e na avaliação de "x" foi dada quando a ruptura de linha ocorreu. Os resultados da avaliação são mostrados na Tabela 10.

[Tabela 10]

| | Aditivo adicionado no momento de polimerização | | Aditivos adicionado no momento de granulação | | Resultados da avaliação | | |
|-------------------------|--|--|---|--|-------------------------|---------------------------------|-------------------|
| | Composto | Quantidade misturada [partes em massa] | Composto | Quantidade misturada [partes em massa] | Película Material | | Material de fibra |
| | | | | | Aparência externa | Módulo de Tensão Elástica [MPz] | Ruptura de linha |
| Exemplo 4-1 | P-2 | 0.022 | AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.05 0.05 0.05 0.08 | ○ | 2,140 | ○ |
| Exemplo 4-2 | Composto 1 | 0.092 | AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.05 0.05 0.05 0.08 | ○ | 1,930 | ○ |
| Exemplo Comparativo 4-1 | - | - | AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.05 0.05 0.05 0.08 | × | 1,690 | ○ |
| Exemplo Comparativo 4-2 | - | - | P-2 AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.022 0.05 0.05 0.05 0.08 | × | 2,010 | × |
| Exemplo Comparativo 4-3 | - | - | Composto 1 AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.092 0.05 0.05 0.05 0.08 | × | 1,850 | × |

[00493] (3) AO-1: metano tetraquis[metileno-3-(3',5'-di-ter-butyl-4'-hidroxifenil)propionato]

[00494] (4) AO-2: fosfito tris(2,4-di-ter-butylfenil)

[00495] (5) DHT-4A: marca comercial, hidrotalcita fabricada por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.

[00496] (6) Na-St: estearato de sódio

[00497] De acordo com os resultados dos Exemplos Comparativos 4-2 e 4-3, quando cada nucleador foi misturado e amassados com derretimento com o respectivo polímero de olefina, os materiais de película resultantes foram observados com aparência externa defeituosa e a ruptura de linha ocorreu durante a moldagem dos materiais de fibra. Em contraste, a partir dos resultados dos Exemplos 4-1 e 4-2, foi confirmado que os polímeros de olefinas obtidos pelo método de produção da presente invenção não teve nenhum dos problemas acima descritos e suas propriedades físicas foram ainda aperfeiçoadas.

[00498] A partir do acima mencionado, é visto que a composição de resina de olefina obtida pelo método de produção da presente invenção é adequada para películas e materiais de fibra e podem ser produzidas de maneira estável. [Quinto Exemplo]

(Preparação do Componente de Catalisador Sólido)

[00499] Após preparar uma solução homogênea adicionando e permitindo que 4,76 g (50 mmol) de cloreto de magnésio anidro, 25 ml de decano e 23.4 ml (150 mmol) de álcool 2-etilhexila para reagir sob aquecimento a 130°C por 2 horas, 1.11 g (7.5 mmol) de anidreto ftálico foi adicionado à solução homogênea assim obtida e a mistura resultante foi mantida com agitação a 130°C por 1 hora, desta forma dissolvendo anidreto ftálico na solução homogênea. Depois, essa solução homogênea foi resfriada até temperatura ambiente e a quantidade total dos mesmos foi carregada gota

a gota em 200 ml (1.8 mol) de tetracloreto de titânio, que havia sido mantido em -20°C , durante um período de 1 hora. Daí em diante, o resultante foi aquecido até 110°C durante um período de 4 horas. Uma vez que a temperatura tenha atingido 110°C , 2.68 ml (12.5 mmol) de ftalato de dibutila foi adicionado e a mistura resultante foi deixada para reagir por 2 horas com agitação enquanto mantinha a temperatura a 110°C . Após a conclusão da reação, o resíduo resultante foi recuperado por filtração quente e re-suspensão em 200 ml de tetracloreto de titânio, e a suspensão foi deixada para reagir sob aquecimento a 110°C por 2 horas. Daí em diante, o resíduo resultante foi recuperado novamente por filtração quente e lavado intensamente com decano e hexano a 110°C até que nenhum composto sem titânio seja detectado nas lavagens, obtendo desta forma um componente de catalisador sólido. Quando uma porção desse componente de catalisador sólido foi examinada e seca para analisar a composição do catalisador, foi descoberto que o componente de catalisador sólido continha 3.1% por massa de titânio, 56.0% por massa de cloro, 17.0% por massa de magnésio e 20.9% por massa de ftalato de dibutila.

(Pré-polimerização)

[00500] A fim de ajustar a quantidade de nucleador a ser misturada no polímero de olefina resultante, a atividade de polimerização foi determinada em um caso em que a solução de nucleador não foi adicionada. A polimerização foi desempenhada sob as condições descritas abaixo.

(Condições de polimerização)

[00501] Em um autoclave cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, 600 ml de heptano, 303 mg de trietilalumínio, 0.26 mmol de diciclopentildimetoxisilano e uma pasta aquosa de heptano do componente de catalisador sólido produzido pelo método acima descrito (0.013 mmol em

termos de Ti) foram sequencialmente adicionados e agitados. A atmosfera no autoclave foi substituída por propileno e pré-polimerização foi realizada a 50°C por 5 minutos sob uma pressão de propileno de 1 kgf/cm²G. Após purgar o propileno, 340 ml de hidrogênio (23°C) foi soprada no autoclave e a temperatura foi elevada até 70°C para realizar a reação de polimerização a 70°C por 1 hora sob uma pressão de propileno de 6 kgf/cm²G. Daí em diante, a atmosfera no sistema foi substituída por gás nitrogênio e a reação de polimerização foi resfriada pela adição de 5 ml de etanol a 40°C. O solvente foi removido sob pressão reduzida a 50°C, e o produto de polimerização foi seco em vácuo a 40°C por 5 horas para obter um polímero. A atividade de polimerização do polímero assim obtido foi determinado para ser de 8,0 kg por 1 g do catalisador.

(Preparação de Solução do Componente do Nucleador)

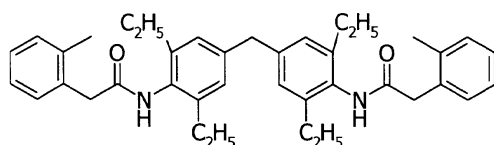
[00502] Em um frasco cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, heptano foi adicionado em cada componente de nucleação de acordo com a formulação mostrada na Tabela 11. Enquanto a mistura resultante é agitada, trietilalumínio foi adicionada nela gota a gota para preparar um solução do componente do nucleador que contém 20 mg/ml do componente de nucleação. P-2 é um dos componentes de nucleação exemplificados especificamente no acima. Na tabela 11, na avaliação de "o" foi dada quando o componente de nucleação dissolvido na solução, e na avaliação de "x" foi dada quando o componente de nucleação não se dissolveu na solução.

[Tabela 11]

| | Componente de nucleação | | Solvente orgânico | | Composto de organoalumínio | | Solubilidade |
|--|-------------------------|----------------------|-------------------|-------------|----------------------------|-------------|--------------|
| | Nome do composto | Quantidade misturada | Nome do composto | Volume [ml] | Nome do composto | Volume [ml] | |

| | | [g] | | | | | |
|---------------------------|------------|-----|---------|-----|-----------------|------|---|
| Exemplo de Produção 5-1-1 | P-2 | 3.3 | heptano | 160 | trietilalumínio | 6.9 | o |
| Exemplo de Produção 5-1-2 | Composto 1 | 3.3 | heptano | 154 | trietilalumínio | 11.5 | o |
| Exemplo de Produção 5-1-3 | Na-Bz | 0.6 | heptano | 38 | trietilalumínio | 12.0 | × |

[00503] (1) Composto 1: composto que tem a seguinte estrutura



[00504] (2) Na-Bz: benzoato de sódio
(Polimerização)

[00505] Polimerização foi realizada sob as mesmas condições que as condições de pré-polimerização acima descritas, exceto que a solução do componente do nucleador foi adicionada na quantidade mostrada na Tabela 12 com relação a 100 partes em massa do polímero de olefina obtido pela polimerização, imediatamente antes da adição da pasta aquosa de heptano do componente de catalisador sólido; e que o heptano foi adicionado em tal quantidade que a quantidade total da solução resultante no autoclave se tornou 600 ml.

[00506] É observado aqui que, quando a mistura do componente de nucleação, solvente orgânico, e composto de organoalumínio do Exemplo de Produção 5-1-3 foi suprido, como a atividade de polimerização foi baixa, o monômero de olefina resultante não foi obtido em uma quantidade necessária para moldagem.

(Moldagem)

[00507] Ao polímero de olefina assim obtido, os respectivos aditivos foram adicionados e misturados nas quantidades mostradas na Tabela 12. Então, utilizando uma pequena máquina de moldagem por injeção para laboratório (fabricado por Xplore Instruments; Composto 15, Moldador por Injeção 12), a mistura resultante foi amassada com derretimento a 230°C a fim de obter um fio, que foi subsequentemente peletizado. Ademais, a pelota assim obtida foi moldada por injeção utilizando a pequena máquina de moldagem por injeção acima descrita para laboratório em uma temperatura de injeção de 230°C e uma temperatura de matriz 40°C, obtendo desta forma uma peça de teste em formato de placa de 50 mm × 50 mm × 2 mm bem como uma peça de teste de flexão de 80 mm × 10 mm × 4mm. É observado aqui que, nos Exemplos Comparativos 5-1 a 5-4, avaliações foram realizadas utilizando o polímero de olefina obtido pela pré-polimerização acima descrita.

(Resistência ao Embassamento)

[00508] A peça de teste em formato de placa assim obtido foi definido em um teste de embassamento de acordo com o ISO-6452 e tratado sob as seguintes condições de teste: temperatura de aquecimento = 100°C, tempo de aquecimento = 5 horas, e temperatura de placa de resfriamento = 20°C. Após o tratamento, a superfície da peça de teste foi observada sob um microscópio em uma magnificação de ×40. Na avaliação de "o" foi dada quando a superfície não mostrou nenhuma anormalidade, e na avaliação de "x" foi dada quando a superfície ficou áspera ou um componente aditivo apareceu sobre a superfície. Os resultados dos mesmos são mostrados na Tabela 12 abaixo.

[00509] (Módulo de flexão)

[00510] A peça de teste de flexão assim obtida foi, imediatamente após ser moldada por injeção, deixada em pé

por pelo menos 48 horas em uma câmara de termostato que tem uma temperatura interna de 23°C. Então, utilizando um testador de flexão (AG-IS, fabricado por Shimadzu Corporation), o módulo de flexão (MPa) foi medido de acordo com o método estabelecido no ISO178. Estes resultados dos mesmos são mostrados na Tabela 12 abaixo.

[Tabela 12]

| | Aditivo adicionado no momento de polimerização | | Aditivos adicionado no momento de granulação | | Resultados da avaliação | |
|-------------------------|--|--|--|--|-----------------------------|------------------------|
| | Composto | Quantidade misturada [partes em massa] | Composto | Quantidade misturada [partes em massa] | Resistência ao embassamento | Módulo de flexão [MPa] |
| Exemplo 5-1 | P-2 | 0.022 | AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.05 0.05 0.05 0.08 | ○ | 2,250 |
| Exemplo 5-2 | Composto 1 | 0.092 | AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.05 0.05 0.05 0.08 | ○ | 2,100 |
| Exemplo Comparativo 5-1 | - | - | AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.05 0.05 0.05 0.08 | ○ | 1,470 |
| Exemplo Comparativo 5-2 | - | - | P-2 AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.022 0.05 0.05 0.05 0.08 | ○ | 2,080 |
| Exemplo Comparativo 5-3 | - | - | Composto 1 AO-1 AO-2 DHT-4A | 0.092 0.05 0.05 0.05 | ○ | 1,960 |

| | | | | | | |
|-------------------------------|---|---|------------|-------|---|-------|
| | | | Na-St | 0.08 | | |
| Exemplo Comparativo 5-4 | - | - | Composto 2 | 0.092 | × | 1,720 |
| | | | AO-1 | 0.05 | | |
| | | | AO-2 | 0.05 | | |
| | | | DHT-4A | 0.05 | | |
| | | | Na-St | 0.08 | | |

[00511] (3) Composto 2: nucleador de sorbitol (Millad 3988, marca comercial; fabricado por Milliken & Company)

[00512] (4) AO-1: metano tetraquis[metileno-3-(3',5'-di-ter-butyl-4'-hidroxifenil)propionato]

[00513] (5) AO-2: fosfito tris(2,4-di-ter-butylfenil)

[00514] (6) DHT-4A: marca comercial, hidrotalcita fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.

[00515] (7) Na-St: estearato de sódio

[00516] A partir do exemplo de Produção 5-1-3, foi confirmado que o suprimento de um nucleador que não se dissolve em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico tinha um efeito adverso sobre a atividade de polimerização. Além disso, de acordo com o resultado do Exemplo Comparativo 5-4 mostrado na Tabela 12, embassamento foi observado na composição de resina de olefina no qual o nucleador à base de sorbitol foi misturado no momento de granulação.

[00517] Por outro lado, ao comparar os resultados dos Exemplos 5-1 e 5-2 com aqueles dos Exemplos Comparativos 5-2 e 5-3, respectivamente, foi confirmado que a composição de resinas de olefina obtida pelo método de produção da presente invenção não mostrou migração dos nucleadores para a superfície dos respectivos artigos moldados e exibiram efeito de aperfeiçoamento de rigidez. Nessas composições de resinas de olefina obtidas pelo método de produção da presente invenção, como as propriedades físicas podem ser aperfeiçoadas com uma adição de um nucleador em uma pequena

quantidade e o nucleador não migra para a superfície dos artigos moldados, as composições de resinas de olefina podem ser adequadamente usadas em aplicações de material sanitário.

[Sexto Exemplo]

(Preparação de Componente de Catalisador Sólido)

[00518] Após preparar uma solução homogênea adicionando e permitindo que 4,76 g (50 mmol) de cloreto de magnésio anidro, 25 ml de decano e 23.4 ml (150 mmol) de álcool 2-etilhexila para reagir sob aquecimento a 130°C por 2 horas, 1.11 g (7.5 mmol) de anidreto ftálico foi adicionado à solução homogênea assim obtida e a mistura resultante foi mantida com agitação a 130°C por 1 hora, desta forma dissolvendo anidreto ftálico na solução homogênea. Depois, essa solução homogênea foi resfriada até temperatura ambiente e a quantidade total dos mesmos foi carregada gota a gota em 200 ml (1.8 mol) de tetracloreto de titânio, que havia sido mantido em -20°C, durante um período de 1 hora. Daí em diante, o resultante foi aquecido até 110°C durante um período de 4 horas. Uma vez que a temperatura tenha atingido 110°C, 2.68 ml (12.5 mmol) de ftalato de dibutila foi adicionado e a mistura resultante foi deixada para reagir por 2 horas com agitação enquanto mantinha a temperatura a 110°C. Após a conclusão da reação, o resíduo resultante foi recuperado por filtração quente e re-suspenso em 200 ml de tetracloreto de titânio, e a suspensão foi deixada para reagir sob aquecimento a 110°C por 2 horas. Daí em diante, o resíduo resultante foi recuperado novamente por filtração quente e lavado intensamente com decano e hexano a 110°C até que nenhum composto sem titânio seja detectado nas lavagens, obtendo desta forma um componente de catalisador sólido. Quando uma porção desse componente de catalisador sólido foi examinada e seca para analisar a composição do catalisador,

foi descoberto que o componente de catalisador sólido continha 3.1% por massa de titânio, 56.0% por massa de cloro, 17.0% por massa de magnésio e 20.9% por massa de ftalato de dibutila.

(Pré-polimerização)

[00519] A fim de ajustar a quantidade de nucleador a ser misturada no polímero de olefina resultante, a atividade de polimerização foi determinada em um caso em que a solução de nucleador não foi adicionada. A polimerização foi desempenhada sob as condições descritas abaixo.

(Condições de polimerização)

[00520] Em um autoclave cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, 600 ml de heptano, 303 mg de trietilalumínio, 0.26 mmol de diciticlopentildimetoxisilano e uma pasta aquosa de heptano do componente de catalisador sólido produzido pelo método acima descrito (0.013 mmol em termos de Ti) foram sequencialmente adicionados e agitados. A atmosfera no autoclave foi substituída por propileno e pré-polimerização foi realizada a 50°C por 5 minutos sob uma pressão de propileno de 1 kgf/cm²G. Após purgar o propileno, 340 ml de hidrogênio (23°C) foi soprado no autoclave e a temperatura foi elevada até 70°C para realizar a reação de polimerização a 70°C por 1 hora sob uma pressão de propileno de 6 kgf/cm²G. Daí em diante, a atmosfera no sistema foi substituída por gás nitrogênio e a reação de polimerização foi resfriada pela adição de 5 ml de etanol a 40°C. O solvente foi removido sob pressão reduzida a 50°C, e o produto de polimerização foi seco em vácuo a 40°C por 5 horas para obter um polímero. A atividade de polimerização do polímero assim obtido foi determinado para ser de 8,0 kg por 1 g do catalisador.

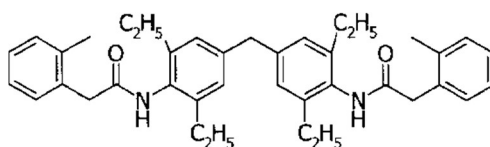
(Preparação de Solução do Componente do Nucleador)

[00521] Em um frasco cuja atmosfera havia sido substituída por nitrogênio, heptano foi adicionado em cada componente de nucleação de acordo com a formulação mostrada na Tabela 13. Enquanto a mistura resultante é agitada, trietilalumínio foi adicionado nela gota a gota para preparar uma solução do componente do nucleador que contém 20 mg/ml do componente de nucleação. P-2 é um dos componentes de nucleação exemplificados especificamente no acima.

[Tabela 13]

| | Componente de nucleação | | Solvente orgânico | | Composto de organoalumínio | | Solubilidade |
|---------------------------|-------------------------|---------------------------|-------------------|-------------|----------------------------|-------------|--------------|
| | Nome do composto | Quantidade adicionada [g] | Nome do composto | Volume [ml] | Nome do composto | Volume [ml] | |
| Exemplo de Produção 6-1-1 | P-2 | 3.3 | heptano | 160 | trietilalumínio | 6.9 | o |
| Exemplo de Produção 6-1-2 | Composto 1 | 3.3 | heptano | 154 | trietilalumínio | 11.5 | o |
| Exemplo de Produção 6-1-3 | Na-Bz | 0.6 | heptano | 150 | trietilalumínio | 12.0 | × |

[00522] (1) Composto 1: composto que tem a seguinte estrutura



[00523] (2) Na-Bz: benzoato de sódio
(Polimerização)

[00524] Polimerização foi realizada sob as mesmas condições que as condições de pré-polimerização acima descritas, exceto que a solução do componente do nucleador foi adicionada na quantidade mostrada na Tabela 14 com

relação a 100 partes em massa do polímero de olefina obtido pela polimerização, imediatamente antes da adição da pasta aquosa de heptano do componente de catalisador sólido; e que o heptano foi adicionado em tal quantidade que a quantidade total da solução resultante no autoclave se tornou 600 ml.

[00525] É observado aqui que, quando a mistura do componente de nucleação, solvente orgânico, e composto de organoalumínio do Exemplo de Produção 6-1-3 foi suprido, como a atividade de polimerização foi baixa, o monômero de olefina resultante não foi obtido em uma quantidade necessária para moldagem.

(Moldagem)

[00526] De acordo com as quantidades mostradas na Tabela 14 com relação a 100 partes em massa de cada um dos polímeros de olefina assim obtidos, os respectivos aditivos foram adicionados e misturados. Então, utilizando uma pequena máquina de moldagem por injeção para laboratório (fabricado por Xplore Instruments; Composto 15, Moldador por Injeção 12), a mistura resultante foi amassada com derretimento a 230°C a fim de obter um fio, que foi subsequentemente peletizado. Ademais, a pelota assim obtida foi moldada por injeção utilizando a pequena máquina de moldagem por injeção acima descrita para laboratório em uma temperatura de injeção de 230°C e uma temperatura de matriz 40°C, obtendo desta forma uma peça de teste de flexão de 80 mm × 10 mm × 4mm bem como uma peça de teste em formato de placa de 50 mm × 50 mm × 2 mm.

[00527] É observado aqui que, em Exemplo Comparativos 6-1 até 6-4, as avaliações foram realizadas utilizando o polímero de olefina obtido pela pré-polimerização acima descrita.

(Avaliação)

[00528] A peça de teste de flexão e a peça de teste em formato de placa obtidas pela moldagem acima descrita foram submetidas às seguintes avaliações. Os resultados dos mesmos são mostrados na Tabela 14.

(Módulo de flexão)

[00529] A peça de teste de flexão assim obtida foi, imediatamente após ser moldada por injeção, deixada em pé por pelo menos 48 horas em uma câmara de termostato que tem uma temperatura interna de 23°C. Depois, utilizando testador de flexão (AG-IS, fabricado por Shimadzu Corporation), o módulo de flexão (MPa) foi medido de acordo com o método estabelecido em ISO178. Os resultados dos mesmos são mostrados na Tabela 14.

(Aparência externa)

[00530] A peça de teste em formato de placa assim obtida foi, imediatamente após ser moldada por injeção, deixada em pé por pelo menos 48 horas em uma câmara de termostato que tem uma temperatura interna de 23°C. Depois, a superfície da peça de teste foi visualmente examinada. Na avaliação de "o" foi dada quando nenhuma anormalidade foi observada, e na avaliação de "x" foi dada quando uma marca de fluxo, uma substância estranha ou similar foi observada. Os resultados da avaliação são mostrados na Tabela 14.

[Tabela 14]

| | Aditivo adicionado no momento de polimerização | | Aditivos adicionados no momento de granulação | | Resultados da avaliação | |
|-------------|--|--|---|--|-------------------------|------------------------|
| | Composto | Quantidade misturada [partes em massa] | Composto | Quantidade misturada [partes em massa] | Aparência externa | Módulo de flexão [MPa] |
| Exemplo 6-1 | P-2 | 0.022 | AO-1 AO-2 DHT-4A | 0.05 0.05 0.05 | o | 2,250 |

| | | | | | | |
|-------------------------|------------|-------|---|---------------------------------------|---|-------|
| | | | Na-St | 0.08 | | |
| Exemplo 6-2 | Composto 1 | 0.092 | AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.05 0.05 0.05 0.08 | ○ | 2,100 |
| Exemplo Comparativo 6-1 | - | - | AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.05 0.05 0.05 0.08 | × | 1,470 |
| Exemplo Comparativo 6-2 | - | - | P-2 AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.022 0.05 0.05 0.05 0.08 | × | 2,080 |
| Exemplo Comparativo 6-3 | - | - | Composto 1 AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.092 0.05 0.05 0.05 0.08 | × | 1,960 |
| Exemplo Comparativo 6-4 | - | - | Composto 2 AO-1 AO-2 DHT-4A Na-St | 0.092 0.05 0.05 0.05 0.08 | × | 1,720 |

[00531] (3) Composto 2: nucleador de sorbitol (Millad 3988, marca comercial; fabricado por Milliken & Company)

[00532] (4) AO-1: metano tetraquis[metileno-3-(3',5'-di-ter-butil-4'-hidroxifenil)propionato]

[00533] (5) AO-2: fosfito tris(2,4-di-ter-butilfenil)

[00534] (6) DHT-4A: marca comercial, hidrotalcita fabricada por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.

[00535] (7) Na-St: estearato de sódio

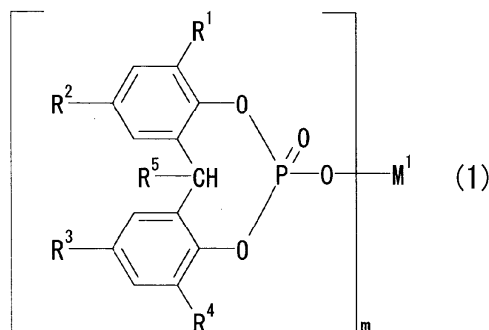
[00536] De acordo com os resultados dos Exemplos Comparativos 6-2 e 6-3 mostrados na Tabela 14, quando nenhum componente de nucleação foi suprido no momento de polimerizar

os respectivos polímeros de olefina, o efeito de aperfeiçoar a rigidez foi ruim e anormalidade foi observada na aparência externa dos artigos moldados.

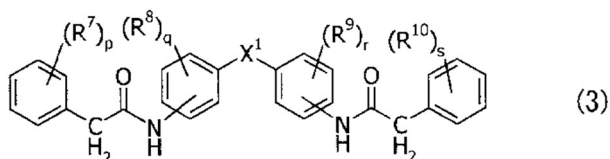
[00537] Em contraste, quando comparado com a composição de resina de olefina do Exemplo Comparativo 6-1 no qual nenhum nucleador foi misturado, aquelas composições de resina de olefina que foram produzidas nos Exemplos 6-1 e 6-2 de acordo com o método de produção da presente invenção mostraram efeito superior de aperfeiçoamento de rigidez e seus artigos moldados tiveram melhor aparência externa. A partir do acima mencionado, é visto que, por moldagem de um polímero de olefina obtido pelo método de produção da presente invenção, um artigo moldado que mostra excelente rigidez com peso e espessura reduzidos pode ser obtido.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para produzir um masterbatch de nucleação no qual um nucleador é misturado em um polímero de olefina, o dito método caracterizado pelo fato de que compreende a etapa de polimerizar um monômero de olefina com incorporação de um componente de nucleação, que é dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico, antes ou durante a polimerização do dito monômero de olefina de modo que o dito componente de nucleação esteja misturado em uma quantidade de 0,05 a 20 partes em massa com relação a 100 partes em massa do dito polímero de olefina obtido pela dita polimerização do dito monômero de olefina, em que o dito nucleador é um composto representado pelas seguintes Fórmula (1) ou (3):



em que cada R¹ a R⁴ representa independentemente um átomo de hidrogênio ou um grupo de alquila que tem de 1 a 9 átomos de carbono que pode ser ramificado; R⁵ representa um átomo de hidrogênio ou um grupo metila; m representa 1 ou 2; quando m for 1, M¹ representa um átomo de hidrogênio; e, quando m for 2, M¹ representa um elemento do Grupo II, Al(OH) ou Zn;



em que X¹ representa um grupo alquileno com 1 a 5

átomos de carbono que pode ser ramificado; cada R^7 a R^{10} representa independentemente um selecionado do grupo que consiste em um átomo de halogênio, um grupo alquila que tem de 1 a 4 átomos de carbono que podem ser substituídos e/ou ramificados e um grupo alcóxi que tem de 1 a 4 átomos de carbono que podem ser substituídos e/ou ramificado; e cada p , q , r e s representa, independentemente, um número inteiro de 0 a 3, com a condição de que p e s não sejam 0.

2. Método para produzir um masterbatch de nucleação, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o dito nucleador é um composto de amida.

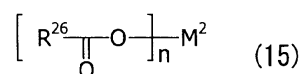
3. Método para produzir um masterbatch de nucleação, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o dito composto de organoalumínio é um trialkylaluminum.

4. Método para produzir um masterbatch de nucleação, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o dito solvente orgânico é selecionado a partir de compostos de hidrocarboneto alifáticos e compostos de hidrocarboneto aromáticos.

5. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, o dito método **caracterizado** pelo fato de que compreende:

uma primeira etapa de misturar um componente de nucleação, que compreende um ou mais compostos representados pela Fórmula (1), conforme definida na reivindicação 1, e é dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico, antes ou durante a polimerização de um monômero de olefina de modo que o dito componente de nucleação seja incorporado em uma quantidade de 0,001 a 10 partes em massa com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela dita polimerização; e

uma segunda etapa de adicionar pelo menos um carboxilato alifático de metal representado pela seguinte Fórmula (15) em uma quantidade de 0,001 a 10 partes em massa com relação a 100 partes em massa do dito polímero obtido pela dita polimerização do dito monômero de olefina e subsequentemente amassar com derretimento a mistura resultante:



em que R^{26} representa um grupo alifático que tem de 1 a 30 átomos de carbono que pode ser ramificado e pode ter um ou mais substituintes selecionados a partir de um grupo de hidroxila e grupos cicloalquila; M^2 representa um átomo de metal; e n é um número inteiro de 1 a 4, representando a valência do dito M^2 .

6. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, de acordo com a reivindicação 5, **caracterizado** pelo fato de que, no dito componente de nucleação que compreende um ou mais compostos representados pela dita Fórmula (1) e é dissolvido no dito composto de organoalumínio ou no dito composto de organoalumínio e no dito solvente orgânico, a razão do dito componente de nucleação e do dito composto de organoalumínio está em uma faixa de 1/1.000 a 1/0,3 em termos da razão molar do dito componente de nucleação e do teor de alumínio do dito composto de organoalumínio.

7. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina de acordo com a reivindicação 5, **caracterizado** pelo fato de que o dito carboxilato de metal alifático representado pela dita Fórmula (15) é selecionado a partir do grupo que consiste em estearato de lítio, miristato de lítio, estearato de sódio, miristato de sódio e compostos de hidroxí substituídos destes.

8. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina de acordo com a reivindicação 5, **caracterizado** pelo fato de que o dito composto de organoalumínio é um trialkilalumínio.

9. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, o dito método **caracterizado** pelo fato de que compreende a etapa de colocar um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton, ou vapor, em contato com um polímero de olefina obtido pela polimerização de um monômero de olefina com incorporação de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico antes ou durante a dita polimerização, em que o dito nucleador é um composto representado pelas Fórmula (1) ou (3), conforme definidas na reivindicação 1.

10. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, o dito método **caracterizado** pelo fato de que compreende a etapa de amassar com derretimento um polímero de olefina, que é obtido pela polimerização de um monômero de olefina com um fornecimento de um nucleador dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico antes ou durante a dita polimerização, com injeção de um gás nitrogênio que contém água ou uma substância doadora de próton, ou vapor, em uma extrusora, em que o dito nucleador é um composto representado pelas Fórmulas (1) ou (3), conforme definidas na reivindicação 1.

11. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, de acordo com qualquer uma das reivindicações 9 e 10, **caracterizado** pelo fato de que o dito nucleador é um composto de amida.

12. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, de acordo com qualquer uma das

reivindicações 9 e 10, **caracterizado** pelo fato de que o dito composto de organoalumínio é um trialkilalumínio.

13. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, de acordo com qualquer uma das reivindicações 9 e 10, **caracterizado** pelo fato de que o dito solvente orgânico é selecionado a partir de compostos de hidrocarboneto alifáticos e de compostos de hidrocarboneto aromáticos.

14. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, de acordo com qualquer uma das reivindicações 9 e 10, **caracterizado** pelo fato de que a dita substância doadora de próton é selecionada a partir de metanol e etanol.

15. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, de acordo com qualquer uma das reivindicações 9 e 10, **caracterizado** pelo fato de que o dito polímero de olefina é polipropileno.

16. Composição de resina à base de olefina, obtida pelo método para produzir uma composição de resina à base de olefina conforme definido em qualquer uma das reivindicações 9 e 10, a dita composição de resina à base de olefina **caracterizada** por ter um teor de água em uma faixa de 0,1 a 5 partes em massa com relação a 100 partes em massa do dito polímero de olefina.

17. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, o dito método **caracterizado** pelo fato de que compreende a etapa de polimerizar um monômero de olefina com incorporação de um componente de nucleação, que é dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico, antes ou durante a polimerização do dito monômero de olefina, de modo que o dito componente de nucleação seja misturado em uma quantidade de 0,001 a 0,5 partes em massa com relação a 100 partes em

massa de um polímero de olefina obtido pela dita polimerização do dito monômero de olefina, em que o dito nucleador é um composto representado pelas Fórmula (1) ou (3), conforme definidas na reivindicação 1.

18. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, de acordo com a reivindicação 17, **caracterizado** pelo fato de que dito método é capaz de produzir uma composição de resina à base de olefina que não demonstra embassamento em um teste de embassamento estabelecido em ISO-6452 sob condições em que a temperatura de aquecimento é de 100°C, o tempo de aquecimento é de 5 horas e a temperatura de resfriamento é de 50°C.

19. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, de acordo com a reivindicação 17, **caracterizado** pelo fato de que produz uma composição de resina à base de olefina capaz de produzir um artigo moldado que tem um módulo de flexão, que é medido de acordo com ISO178, não inferior a 1.600 MPa, o dito método compreendendo a etapa de polimerizar um monômero de olefina com incorporação de um componente de nucleação, que é dissolvido em um composto de organoalumínio ou em um composto de organoalumínio e um solvente orgânico, antes ou durante a polimerização do dito monômero de olefina, de modo que o dito componente de nucleação é misturado em uma quantidade de 0,001 a 0,5 partes em massa com relação a 100 partes em massa de um polímero de olefina obtido pela dita polimerização do dito monômero de olefina.

20. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, de acordo com qualquer uma das reivindicações 17 a 19, **caracterizado** pelo fato de que o dito nucleador é um composto de amida.

21. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, de acordo com qualquer uma das

reivindicações 17 a 19, **caracterizado** pelo fato de que o dito composto de organoalumínio é um trialkylaluminum.

22. Método para produzir uma composição de resina à base de olefina, de acordo com qualquer uma das reivindicações 17 a 19, **caracterizado** pelo fato de que o dito solvente orgânico é selecionado a partir de compostos de hidrocarboneto alifáticos e de compostos de hidrocarboneto aromáticos.