



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI 0710896-6 A2**

(22) Data de Depósito: 26/04/2007  
(43) Data da Publicação: 14/02/2012  
(RPI 2145)



(51) *Int.Cl.:*  
C08L 23/00

**(54) Título:** COMPOSIÇÃO DE POLIPROPILENO, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE POLIPROPILENO MODIFICADA, ARTIGO E USO DE UMA COMPOSIÇÃO DE PROPILENO

**(30) Prioridade Unionista:** 26/05/2006 EP 060108214

**(73) Titular(es):** Borealis Technology OY

**(72) Inventor(es):** Klaus Bernreitner, Tung Pham

**(74) Procurador(es):** Claudia Christina Schulz

**(86) Pedido Internacional:** PCT EP2007003709 de 26/04/2007

**(87) Publicação Internacional:** WO 2007/137661de 06/12/2007

**(57) Resumo:** COMPOSIÇÃO DE POLIPROPILENO, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE POLIPROPILENO MODIFICADA, ARTIGO E USO DE UMA COMPOSIÇÃO DE PROPILENO. A presente invenção se refere a uma composição de poliolefíria tendo uma resistência a alvejamento sob tensão aprimorada, sem perda de um bom equilíbrio de resistência a impacto e rigidez.

**COMPOSIÇÃO DE POLIPROPILENO, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO  
DE UMA COMPOSIÇÃO DE POLIPROPILENO MODIFICADA, ARTIGO E  
USO DE UMA COMPOSIÇÃO DE PROPILENO**

A presente invenção se refere a uma composição de  
5 poliolefina tendo uma resistência a alvejamento sob tensão  
aprimorada, sem perda de um bom equilíbrio de resistência a  
impacto e rigidez. Mais particularmente, a presente  
invenção se refere a uma composição de polipropileno  
compreendendo um copolímero de propileno, que é modificado  
10 por uma reação de acoplamento.

Vários produtos poliméricos apresentam a propriedade  
conhecida como alvejamento sob tensão (SW). Por  
consequente, quando esses polímeros são curvados ou sofrem  
impacto, a zona de encurvamento ou impacto fica com uma cor  
15 leitosa opaca, ainda que o polímero seja colorido. Essa é  
uma propriedade indesejável quando a aparência do produto  
polimérico é importante, por exemplo, quando o polímero é  
usado em um produto de varejo, ou como uma superfície  
externa de um item doméstico ou de escritório. Além do  
20 mais, uma vez que o alvejamento sob tensão provoca aspereza  
superficial, é indesejável quando é importante obter ou  
manter higiene superficial, por exemplo, em produtos que  
são usados para embalagem de alimentos ou de produtos  
médicos, ou que são usados para fins de produção de  
25 produtos médicos ou estéreis.

Vários métodos são conhecidos na técnica para diminuir o alvejamento sob tensão. Todos esses métodos têm desvantagens relativas às propriedades do material resultante, isto é, propriedades mecânicas e/ou ópticas.

5 O pedido de patente EP 0 826 728 A2 descreve um polipropileno modificado com menor alvejamento sob tensão, em que uma combinação de 5 a 50% em peso de um copolímero de etileno, juntamente com um agente de nucleação, tem o efeito de aperfeiçoar a resistência a alvejamento sob  
10 tensão, o módulo de rigidez e, simultaneamente, reduzir a resistência a impacto. No entanto, o processo descrito no pedido de patente EP 0 826 728 A2 é apenas aplicável a homopolímeros de propileno, e é conhecido que os homopolímeros de propileno têm, usualmente, uma resistência  
15 a alvejamento sob tensão aceitável, mas são limitados em resistência a impacto. Em comparação, os copolímeros de propileno heterofásicos proporcionam altos níveis de resistência a impacto, mas são vulneráveis a alvejamento sob tensão.

20 O pedido de patente EP 1 510 547 A1 descreve uma composição de polipropileno compreendendo um copolímero de propileno heterofásico, contendo uma fase matriz de homopolímero de propileno, uma fase dispersa de um copolímero de propileno e, adicionalmente, um polímero de  
25 etileno usado como modificador. A composição de

polipropileno do pedido de patente EP 1 150 547 A1 tem um equilíbrio aceitável entre o alvejamento sob tensão e a resistência a impacto. No entanto, há ainda a necessidade de aperfeiçoar o comportamento de alvejamento sob tensão de  
5 composições de polipropileno, e, simultaneamente, manter um bom equilíbrio entre a resistência a impacto e a rigidez.

Portanto, o objeto da presente invenção é proporcionar uma composição de polipropileno tendo uma resistência a alvejamento sob tensão aperfeiçoada, em particular, um  
10 alvejamento sob tensão sob impacto reduzido, e um bom equilíbrio de resistência a impacto e rigidez.

A presente invenção é baseada na descoberta de que o objeto mencionado acima pode ser alcançado se a composição de polipropileno, compreendendo um copolímero de propileno  
15 heterofásico, que contém uma borracha de etileno-propileno compreendendo uma fração de borracha de etileno-propileno rica em propileno, for modificada em uma reação de acoplamento químico.

Portanto, a presente invenção proporciona uma  
20 composição de polipropileno compreendendo um copolímero de propileno heterofásico, consistindo de:

a) um homopolímero de propileno ou um copolímero aleatório de propileno com um teor de comonômero não

superior a 5% em peso, com base no copolímero aleatório de propileno total, e

b) uma borracha de etileno-propileno compreendendo uma fração de borracha de etileno-propileno (1), tendo uma viscosidade intrínseca de 1,1 a 2,3 dL/g e um teor de propileno de 55 a 90% em peso, com base na fração de borracha de etileno-propileno (1) total, que foi modificado em uma reação de acoplamento.

A reação de acoplamento é conduzida preferivelmente por reação de um agente de acoplamento com a composição de polipropileno. Os iniciadores de radicais livres são usados preferivelmente como o agente de acoplamento, sendo especialmente preferidos os peróxidos orgânicos como os iniciadores de radicais livres.

Os peróxidos que são termicamente decomponíveis nas condições de aquecimento e fusão da composição de polipropileno, e que satisfazem o requisito de ter um tempo de meia-vida,  $t(1/2)$ , a  $110^{\circ}\text{C} > 6 \text{ min}$ , e um tempo de meia-vida,  $t(1/2)$ , a  $150^{\circ}\text{C} < 6 \text{ min}$ , são adequados. Os seguintes peróxidos orgânicos são adequados para o processo mencionado acima:

Peróxido de dibenzoíla, peróxi-2-etilhexanoato de t-butila, peróxi-2-etilhexanoato de t-amila, peroxidietilacetato de t-butila, 1,4-di(t-butilperoxicarbo)cicloexano,

peroxiisobutirato de t-butila, 1,1-di(t-butilperóxi)-3,5,5-trimetil-cicloexano, peróxido de metilisobutilcetona, 2,2-di(4,4-di(t-butilperóxi)cicloexil)propano, 1,1-di(t-butilperóxi)cicloexano, peróxi-3,5,5-trimetilhexanoato de t-butila, carbonato de t-amilperóxi 2-etilhexila, 2,2-di(t-butilperóxi)butano, carbonato de butilperóxi e isopropila, carbonato de t-butilperóxi e 2-etilhexila, peroxiacetato de t-butila, peroxibenzoato de t-butila, peróxido de di-t-amila, e misturas desses peróxidos orgânicos.

10 Observou-se que os peróxidos usados nos processos de degradação convencionais exercem diferentes modos de ação. Um efeito é que os peróxidos provocam ruptura das cadeias das moléculas poliméricas e, conseqüentemente, uma diminuição correspondente em viscosidade do polímero. Um  
15 segundo efeito é que os radicais induzidos por peróxidos são recombinantes. Ambos os efeitos estão, até certo ponto, sempre presentes nos processos de degradação induzidos por peróxidos. O grau efetivo de cada efeito é influenciado pela natureza do peróxido.

20 Para a reação de acoplamento da presente invenção, esses peróxidos são usados quando o segundo modo de ação é aumentado, comparados com os peróxidos de degradação "pura".

A reação de acoplamento é conduzida preferivelmente durante o processamento em fusão, por exemplo, uma proporção adequada de peróxido é adicionada à composição de polipropileno em uma extrusora uniaxial, uma extrusora  
5 dupla, uma amassadeira, um misturador Banbury, um moinho de rolos etc., a uma temperatura abaixo do ponto de fusão do polímero. Alternativamente, uma solução de peróxido pode ser injetada na massa fundida de polímero, durante a extrusão.

10 Prefere-se que a reação de acoplamento seja conduzida a uma temperatura de 170 - 250°C.

Além disso, a reação de acoplamento químico deve ser conduzida sob condições tais (isto é, proporção de peróxido, temperatura, tempo de reação), que o grau de  
15 degradação da composição de polipropileno, isto é, a razão entre a MFR da composição de polipropileno após ( $MFR_1$ ) e antes ( $MFR_0$ ) da modificação  $MFR_1/MFR_0$  é, de preferência, de 1,2 a 30, particularmente, de 1,5 a 20, mais particularmente, de 1,5 a 10, e, especialmente, é uma razão  
20 de 2,0 a 7. Quando o grau de degradação é inferior a 1,2, o grau de modificação é tão pequeno que a capacidade integral da composição de polímero de propileno modificada obtida não é suficiente. Por outro lado, quando é superior a 30, o procedimento de degradação resulta em uma resistência a  
25 impacto inferior da composição.

Além do mais, o iniciador para a reação de acoplamento é usado preferivelmente em uma proporção de 0,01 a 5% em peso, particularmente, de 0,05 a 2% em peso, especialmente, de 0,01 a 1,0% em peso, com base no copolímero de propileno heterofásico total.

A composição de polipropileno da presente invenção compreende um copolímero de propileno heterofásico. Há essencialmente dois tipos de copolímeros de propileno heterofásicos conhecidos na técnica, isto é, os copolímeros heterofásicos compreendendo um copolímero aleatório de propileno como a fase matriz (RAHECO) e copolímeros heterofásicos tendo um homopolímero de propileno como a fase matriz (HECO). Os RAHECOs são basicamente usados para fibras macias e filmes macios. Os HECOs são usados para uma ampla gama de aplicações, incluindo aplicações domésticas e pára-choques de veículos, por causa das boas propriedades mecânicas, especialmente a resistência a impacto.

Os copolímeros aleatórios de propileno são usualmente produzidos por inserção estatística de unidades de etileno ou alfa-olefinas superiores, em uma reação de copolimerização convencional. As alfa-olefinas superiores são monômeros de 4 a 10 átomos de carbono, como buteno, penteno, hexeno, hepteno, octeno ou 3-metil-1-buteno, 3-metil-hex-1-eno, ou buteno em combinação com etileno. Na presente invenção, etileno é o preferido como comonômero.

O teor de comonômero no copolímero aleatório de propileno é preferivelmente muito baixo e pode ser não superior a 5% em peso, particularmente, é um teor de comonômero de 0,5 a 5% em peso, especialmente, 0,5 a 2% em peso, com base no copolímero aleatório de propileno total.

No entanto, na presente invenção prefere-se que o copolímero de propileno heterofásico contenha um homopolímero como a fase matriz.

Os homopolímeros de propileno são usualmente obtidos por polimerização com catalisadores Ziegler-Natta, e têm, desse modo, uma ampla distribuição de peso molecular  $M_w/M_n$  de 4 a 10. Os catalisadores adequados não são limitados aos catalisadores Ziegler-Natta, mas também catalisadores de metalloceno podem ser usados.

A fase dispersa da presente invenção é uma borracha de etileno-propileno, que compreende uma fração de borracha de etileno-propileno rica em propileno (3 átomos de carbono) (1), tendo uma viscosidade intrínseca de 1,1 a 2,3 dL/g, e um teor de propileno de 55 a 90% em peso, com base na fração de borracha de etileno-propileno (1) total.

Além do mais, prefere-se que a viscosidade intrínseca da fração de borracha de etileno-propileno (1) seja entre 1,3 e 2,1 dL/g, particularmente, entre 1,5 e 1,9 dL/g.

Adicionalmente, prefere-se que o teor de propileno da fração de borracha de etileno-propileno (1) seja entre 60 e 85% em peso, particularmente, entre 65 e 80% em peso, com base na fração de borracha de etileno-propileno (1) total.

5 Prefere-se que a fração de borracha de etileno-propileno tenha uma distribuição de peso molecular monomodal.

Em uma outra concretização da presente invenção, a borracha de etileno-propileno do copolímero de propileno  
10 heterofásico é uma borracha de etileno-propileno bimodal, isto é, a borracha de etileno-propileno da presente invenção compreende a fração de borracha de etileno-propileno (1) rica em 3 átomos de carbono, combinada a fração de borracha de etileno-propileno (2), que tem um  
15 teor de propileno mais baixo do que a fração de borracha de etileno-propileno (1).

Prefere-se que a fração de borracha de etileno-propileno (2) tenha um teor de propileno de 10 a 50% em peso, particularmente, de 20 a 45% em peso, com base na  
20 fração de borracha de etileno-propileno (2) total.

Além do mais, prefere-se que a borracha de etileno-propileno bimodal compreenda a fração de borracha de etileno-propileno (1), em uma proporção de 40 a 80% em

peso, particularmente, de 45 a 75% em peso, com base na quantidade total da borracha de etileno-propileno.

A fração de borracha de etileno-propileno (2) está preferivelmente presente em uma proporção de 20 a 60% em peso, particularmente, de 25 a 55% em peso, na borracha de etileno-propileno bimodal.

A borracha de etileno-propileno da presente invenção é preferivelmente usada em uma proporção de 5 a 25% em peso, particularmente, de 10 a 20% em peso, com base no peso total do copolímero de propileno heterofásico.

O copolímero de propileno heterofásico da presente invenção com uma fase dispersa de fração de borracha de etileno-propileno (1) apenas, ou em combinação com a fração de borracha de etileno-propileno (2), pode ser produzido por polimerização de processo multiestágio, como polimerização em massa, polimerização em fase gasosa, polimerização em lama, polimerização em solução ou suas combinações, usando catalisador convencional. Esses processos são bem conhecidos daqueles versados na técnica.

Um processo preferido é uma combinação de um ou mais reatores em circuito fechado de lama em massa e um ou mais reatores para fase gasosa. A matriz do copolímero de propileno heterofásico pode ser produzida ou nos reatores

em circuito fechado ou em combinação de reatores em  
circuito fechado e fase gasosa.

O polímero assim produzido é transferido para outro  
reator, e a borracha de etileno-propileno da presente  
5 invenção é polimerizada. De preferência, essa etapa de  
polimerização é feita em uma polimerização em fase gasosa.

Um catalisador adequado para a polimerização do  
copolímero heterofásico é qualquer catalisador  
estereoespecífico para polimerização de propileno, que seja  
10 capaz de polimerizar e copolimerizar propileno e  
comonômeros a uma temperatura de 40 a 110°C e a uma pressão  
de 10 a 100 bar. Os catalisadores Ziegler-Natta ou de  
metalloceno são catalisadores especialmente adequados.

Uma pessoa versada na técnica está ciente das várias  
15 possibilidades para a produção desses sistemas  
heterofásicos e vai, simplesmente, encontrar um  
procedimento adequado para produzir sistemas heterofásicos,  
que são usados na presente invenção.

Os copolímeros de propileno heterofásicos produzidos  
20 em um processo de polimerização seqüencial contêm,  
tipicamente, uma fase dispersa compreendendo inclusões  
cristalinas. Verificou-se que esses copolímeros de  
propileno heterofásicos são mais adequados para aperfeiçoar  
a resistência a alvejamento sob tensão do que as

composições de propileno heterofásicas nas quais a fase dispersa não contém inclusões cristalinas. A cristalinidade da fase dispersa é preferivelmente inferior a 30% em peso, particularmente, inferior a 20% em peso, com base na  
5 quantidade da fase dispersa.

Além do mais, em uma outra concretização da presente invenção, um homo- ou copolímero de etileno é adicionado à composição de polipropileno. O homo- ou copolímero de etileno é usado como um outro modificador para a composição  
10 de polipropileno.

O homo- ou copolímero de etileno pode ser um polietileno de alta densidade (HDPE), um polietileno de baixa densidade (LDPE) ou um polietileno de baixa densidade linear (LLDPE).

15 Prefere-se que a densidade do homo- ou copolímero de etileno seja igual ou inferior a  $930 \text{ kg/m}^3$ , mas ainda melhores resultados relativos ao alvejamento sob tensão são obtidos com um homo- ou copolímero de etileno tendo uma densidade igual ou inferior a  $925 \text{ kg/m}^3$ . As densidades para  
20 o homo- ou copolímero de etileno inferiores a  $900 \text{ kg/m}^3$  não são preferidas.

Um limite inferior preferido de densidade do homo- ou copolímero de etileno é  $910 \text{ kg/m}^3$ .

O copolímero de etileno externo compreende, de preferência, 0,5 a 5% em peso de uma ou mais alfa-olefinas de 3 a 12 átomos de carbono, particularmente, 1 a 4% em peso, com base no copolímero de etileno.

5 Os comonômeros de alfa-olefinas de 3 a 12 átomos de carbono podem ser propeno, buteno, penteno, hexeno, octeno ou 4-metil-penteno, e assemelhados.

Além do mais, o homo- ou copolímero de etileno é preferivelmente usado em uma proporção de 2 a 30% em peso, particularmente, 5 a 20% em peso, com base na composição de polipropileno total.

Além disso, o homo- ou copolímero de etileno de baixa densidade (linear) apresenta preferivelmente um comportamento de endurecimento sob deformação, que é uma indicação para a presença de ramificação de cadeia longa.

O homo- ou copolímero de etileno de baixa densidade (linear) externo é produzido em um processo a alta pressão, ou, alternativamente, em um processo a baixa pressão, com catalisadores como catalisadores de sítio único, por exemplo, catalisador suportado ou não baseado em complexos de metalloceno específicos, como dicloreto de rac-[etileno bis (2-t-butildimetilsiloxil)indenil] zircônio ou dicloreto de rac-[etileno bis (1-t-butildimetilsiloxil)indenil] zircônio (consultar Malmberg

et al. *Macromolecules* 32 (1999), p. 6687 a 6696 e 35 (2002), p. 1038 a 1048).

Além do mais, a composição de polipropileno da presente invenção tem, de preferência, um valor MFR de 5 0,5 a 500 g/10 min (230°C/2,16 kg), particularmente, de 1,5 a 100 g/10 min (230°C/2,16 kg), e, especialmente, de 3 a 50 g/10 min (230°C/2,16 kg).

Adicionalmente, a composição de polipropileno da presente invenção compreende, de preferência, até 0,5% 10 em peso, com base na composição de polipropileno de um ou mais agentes de alfa-nucleação, como NA 21 ou NA 11, que são comercialmente disponíveis da Asahi Denka Kogy (Japão).

A composição de polipropileno da presente invenção 15 pode também conter aditivos usuais. Como exemplos desses aditivos, podem ser mencionados: estabilizadores, tais como os inibidores de degradação oxidante, térmica ou ultravioleta; lubrificantes, tais como estearato de cálcio etc.; óleos extensores; 20 captadores de ácidos; agentes desmoldantes; clarificadores, tais como monoestearato de glicerol, etc.; corantes; cargas de reforço ou não, tais como carbonato de cálcio, argila, giz, negro de fumo, etc. Esses aditivos podem ser empregados em proporções

usuais, e podem ser introduzidos antes, durante ou após a modificação.

A composição de polipropileno da presente invenção tem, de preferência, um alvejamento sob tensão residual a 90° abaixo de 2,90 mm, particularmente, abaixo de 1,50 mm, em um teste de encurvamento de três pontos reverso.

Adicionalmente, a composição de polipropileno da presente invenção tem, de preferência, um ângulo de alvejamento sob tensão de pelo menos 38°, particularmente, de pelo menos 45°, em um teste de encurvamento de três pontos reverso.

Além do mais, a composição de polipropileno da presente invenção tem preferivelmente um módulo de flexão de 800 a 1.800 MPa, particularmente, de 1.000 a 1.600 MPa.

A resistência a flexão da composição de polipropileno da presente invenção varia, de preferência, de 20 a 50 MPa, particularmente, de 25 a 45 MPa.

Também, a composição de polipropileno da presente invenção tem preferivelmente uma resistência a impacto, à temperatura ambiente, superior a 7,5 kJ/m<sup>2</sup>, particularmente, superior a 8,5 kJ/m<sup>2</sup>.

A deformação por flexão na resistência a flexão da composição de polipropileno da presente invenção varia preferivelmente de 5 a 10%, particularmente, de 6 a 9%.

Além disso, a tensão de flexão a uma deformação de 5 3,5% da composição de polipropileno da presente invenção varia preferivelmente de 20 a 40 MPa, particularmente, de 23 a 35 MPa.

A presente invenção se refere também a um processo para a produção de uma composição de propileno tendo 10 uma resistência a alvejamento sob tensão aperfeiçoada e um bom equilíbrio entre a resistência a impacto e a rigidez, em que uma composição de polipropileno compreendendo um copolímero de propileno heterofásico, consistindo de:

15 a) um homopolímero de propileno ou um copolímero aleatório de propileno com um teor de comonômero não superior a 5% em peso, com base no copolímero de propileno total e

20 b) uma borracha de etileno-propileno compreendendo uma fração de borracha de etileno-propileno (1), tendo uma viscosidade intrínseca de 1,1 a 2,3 dL/g e um teor de propileno de 55 a 90% em peso, com base na fração de borracha de etileno-propileno (1) total,

é modificada por reação da composição com um agente de acoplamento.

Além do mais, no processo da presente invenção, a borracha de etileno-propileno do copolímero de propileno  
5 heterofásico também pode conter uma outra fração de borracha de etileno-propileno (2), tendo um teor de propileno de 10 a 50% em peso, com base na fração de borracha de etileno-propileno (2) total.

Além disso, também um homo- ou copolímero de etileno é  
10 preferivelmente adicionado à composição de polipropileno, após modificação, em uma proporção de 2 a 30% em peso, com base na composição de polipropileno total.

A composição de polipropileno da presente invenção pode ser usada em uma ampla gama de aplicações, como  
15 aplicações alimentícias ou médicas, artigos domésticos, fibras, filmes, pára-choques de veículos e assemelhados.

## **1. Métodos de medida**

### **a) Alvejamento sob tensão**

#### **Alvejamento sob tensão**

20 A medida de alvejamento sob tensão é explicada abaixo e também com referência aos desenhos das Figuras 1 e 2.

Figura 1: representação esquemática de uma instalação experimental para medida de alvejamento sob tensão.

Figura 2: diagrama esquemático de função registrada, durante experimento de alvejamento sob tensão.

5 As amostras para a medida de alvejamento sob tensão são corpos de prova UL94 moldados por injeção, com a dimensão de 125 x 12,5 x 2 mm (comprimento x largura x espessura).

10 A medida de alvejamento sob tensão é conduzida em um teste de encurvamento de três pontos reverso em uma máquina de teste universal (Zwick Z010), com uma velocidade de teste de 50 mm/min. As definições dos termos técnicos (por exemplo, deflexão, suporte, borda de carga) nesse método de teste específico são como descritas na norma ISO 178 (teste  
15 de flexão).

Na parte fixa, dois suportes (1) são montados com um comprimento de varredura (2) de 40 mm entre os suportes (1). Na parte móvel, a borda de carga (3) contém uma fonte de luz (4) e um sensor óptico (5) é fixo de tal modo que a  
20 amostra testada (6) é colocada entre a fonte de luz (4) e o sensor óptico (5). A distância entre a fonte de luz (4) e o sensor óptico (5) se mantém constante durante o teste. A resposta óptica (7) (transmissão de luz pela amostra (6)) e a força de encurvamento são registradas em função da

deflexão (distância na qual a superfície de topo ou de fundo da amostra (6), em varredura intermediária, se desvia da sua posição original, durante encurvamento). O ângulo de encurvamento é calculado da deflexão usando fórmulas trigonométricas padronizadas.

São determinados dois diferentes parâmetros:

i. Ângulo de alvejamento sob tensão [ $^{\circ}$ ] é o ângulo de encurvamento no qual ocorre alvejamento sob tensão. A ocorrência de alvejamento sob tensão corresponde a uma queda repentina da resposta óptica, durante encurvamento, a um valor de deflexão específico (8).

ii. Alvejamento sob tensão residual a  $90^{\circ}$  [mm] é o tamanho residual das zonas de branqueamento, imediatamente após um encurvamento de  $90^{\circ}$ . O teste de encurvamento é conduzido a um ângulo de encurvamento de  $90^{\circ}$ . O corpo de prova é então liberado com uma velocidade de cruzeta de 400 mm/min. O comprimento da área de branqueamento (medida paralela à direção de comprimento da amostra), medida imediatamente após a liberação, é o alvejamento sob tensão residual a  $90^{\circ}$ ;

#### **b) Taxa de escoamento em massa fundida**

A taxa de escoamento em massa fundida é determinada de acordo com a norma ISO 1133, e é indicada em g/10 min. A MFR é uma indicação da fluidez e, desse modo, da

processabilidade do polímero. Quanto mais alta a taxa de escoamento em massa fundida, mais baixa a viscosidade do polímero. A MFR da composição de polipropileno é medida com uma carga de 2,16 kg a 230°C, para polietileno é medida com  
5 uma carga de 2,16 kg a 190°C.

**c) Viscosidade intrínseca**

A viscosidade intrínseca foi medida de acordo com a norma DIN ISO 1628-1.

**d) Resistência a impacto**

10 A resistência a impacto com entalhe Charpy foi determinada de acordo com a norma ISO 179-2/1eA em barras de corpos de prova de 80 x 10 x 4 mm.

**e) Teste de flexão**

Os parâmetros do teste de flexão (módulo de flexão,  
15 resistência a flexão, deformação em resistência a flexão, tensão a uma deformação de 3,5%) foram determinados de acordo com a norma ISO 178 nas barras de corpos de prova de 80 x 10 x 4 mm.

**c) Densidade**

20 A densidade foi medida de acordo com a norma ISO 1183.

## 2. Exemplos

Todas as composições de polipropileno para os exemplos e exemplos comparativos são produzidas em uma disposição de reator multiestágio. A matriz de homopolímero de propileno é primeiro sintetizada em um reator em circuito fechado e a borracha de etileno-propileno é polimerizada em um reator para fase gasosa. No caso de borracha de etileno-propileno bimodal, um segundo reator para fase gasosa foi usado. As composições dos exemplos e dos exemplos comparativos e as suas propriedades são apresentadas na Tabela 1. O iniciador de radical livre foi carbonato de t-butilperóxi e isopropila. O polietileno externo tem uma taxa de escoamento em massa fundida de 15 g/10 min (190°C/2,16 kg) e uma densidade de 915 kg/m<sup>3</sup>.

### 15 **Procedimento de modificação (= reação de acoplamento)**

A composição de polipropileno, os aditivos e, adicionalmente, o polímero de etileno externo foram alimentados continuamente em um misturador. O iniciador de peróxido foi dosado, dependendo do nível de modificação desejado, diretamente no misturador. A mistura reacional foi transferida para uma extrusora de rosca dupla (perfil de temperatura: 25/165/170/165/190/220/220/230°C) para fusão, homogeneização e desvolatilização, e depois peletizada.

Tabela 1

	Exemplos				Exemplos Comparativos					
	1	2	3	4	1	2	3	4	5	6
MFR da matriz	2,5	2,5	2,5	2,5	10	10	10	10	2,5	2,5
Teor de EPR	12	12	12	6/6	12	12	12	12	12	12
Teor de C <sub>3</sub> (EPR)	72	72	72	72/39	51	51	51	51	49	49
IV (EPR)	1,70	1,80	1,80	1,70/ 1,70?	1,74	1,74	1,04	2,4	1,70	1,80
MFR final (polímero de base)	2,5	2,5	2,5	2,5	7,0	7,0	9,8	5,1	2,4	2,4
<b>Aditivos</b>										
Estearato de cálcio	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Irganox B215	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
GMS	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
NALL	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
<b>Modificação</b>										
Modificador adicional	não	sim	sim	sim	sim	não	não	não	sim	não
Peróxido de modificação	sim	sim	sim	sim	não	não	não	não	sim	sim
Valor MFR	7,9	7,5	12,6	7,8	7,6	7,5	9,8	5,1	6,3	7,1
Módulo de flexão	1.340	1.147	1.063	1.201	1.340	1.598	1.485	1.587	1.281	1.530
Resistência a flexão	36,7	32,3	30,1	31,7	32,5	39,8	38,5	38,9	32,7	38,8
Deformação de flexão na resistência a flexão	7,0	7,1	7,2	6,8	6,2	6,5	7,1	6,7	6,5	6,2
Tensão de flexão a uma deformação de 3,5%	30,8	26,8	24,8	27,1	29,2	34,9	32,3	34,7	28,7	34,2
Resistência a impacto (RT)	9,8	26,8	9,3	9,7	7,0	6,1	3,9	9,5	9,8	8,2
<b>Ângulo de alveamento sob tensão</b>	46,7	56,2	54,1	38,6	31,92	30,2	36,5	25,8	39,6	34,3
<b>Alveamento sob tensão residual, 90°</b>	2,66	0,7	0	2,8	3,76	4,3	2,96	4,9	3,22	3,8

**REIVINDICAÇÕES**

1. Composição de polipropileno caracterizada pelo fato de que compreende um copolímero de propileno heterofásico consistindo de:

5 a) um homopolímero de propileno ou um copolímero aleatório de propileno com um teor de comonômero não superior a 5% em peso, com base no copolímero aleatório de propileno total; e

10 b) uma borracha de etileno-propileno compreendendo uma fração de borracha de etileno-propileno (1), tendo uma viscosidade intrínseca de 1,1 a 2,3 dL/g e um teor de propileno de 55 a 90% em peso, com base na fração de borracha de etileno-propileno (1) total,

que foi modificada em uma reação de acoplamento.

15 2. Composição de polipropileno de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que, na reação de acoplamento, um peróxido orgânico é usado.

3. Composição de polipropileno de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizada pelo fato de que o peróxido orgânico é usado em uma proporção de 0,01 a 5% em peso, com base na composição de polipropileno total.

20

4. Composição de polipropileno de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizada pelo fato de que a borracha de etileno-propileno compreende uma outra fração de borracha de etileno-propileno (2), que tem um  
5 teor de propileno inferior àquele da fração de borracha de etileno-propileno (1).

5. Composição de polipropileno de acordo com a reivindicação 4, caracterizada pelo fato de que a fração de borracha de etileno-propileno (2) tem um teor de  
10 propileno de 10 a 50% em peso, com base na fração de borracha de etileno-propileno (2) total.

6. Composição de polipropileno de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizada pelo fato de que a borracha de etileno-propileno do copolímero de  
15 propileno heterofásico está presente em uma proporção de 5 a 25%, com base no peso total do copolímero de propileno heterofásico.

7. Composição de polipropileno de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizada pelo fato de  
20 que a composição de polipropileno compreende um homo- ou copolímero de etileno, em uma proporção de 2 a 30% em peso.

8. Composição de polipropileno de acordo com a reivindicação 7, caracterizada pelo fato de que o homo-

ou copolímero de etileno tem uma densidade igual ou inferior a 930 kg/m<sup>3</sup>.

9. Composição de polipropileno de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizada pelo fato de  
5 que a composição de polipropileno tem uma MFR (230°C, 2,16 kg) de 5 a 500 g/10 min.

10. Composição de polipropileno de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizada pelo fato de que a composição de polipropileno tem um alvejamento sob  
10 tensão residual (90°) abaixo de 2,90 mm, em um teste de encurvamento de três pontos reverso.

11. Composição de polipropileno de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizada pelo fato de que a composição de polipropileno tem um ângulo de  
15 alvejamento sob tensão de pelo menos 38,0°, em um teste de encurvamento de três pontos reverso.

12. Processo para a produção de uma composição de polipropileno modificada caracterizado pelo fato de que uma composição de polipropileno, compreendendo um  
20 copolímero de propileno heterofásico consistindo de:

a) um homopolímero de propileno ou um copolímero aleatório de propileno com um teor de comonômero não

superior a 5% em peso, com base no copolímero aleatório de propileno total; e

b) uma borracha de etileno-propileno compreendendo uma fração de borracha de etileno-propileno (1), tendo  
5 uma viscosidade intrínseca de 1,1 a 2,3 dL/g e um teor de propileno de 55 a 90% em peso, com base na fração de borracha de etileno-propileno (1) total,

é modificada por reação da composição com um agente de acoplamento.

10 13. Processo de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que o agente de acoplamento é um iniciador de radical livre, de preferência, um peróxido orgânico.

14. Processo de acordo com a reivindicação 12 ou 13,  
15 caracterizado pelo fato de que a composição de polipropileno é modificada durante o processamento em fusão.

15. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 12 a 14, caracterizado pelo fato de que a borracha de  
20 etileno-propileno compreende uma outra fração de borracha de etileno-propileno (2), que tem um teor de propileno inferior àquele da fração de borracha de etileno-propileno (1).

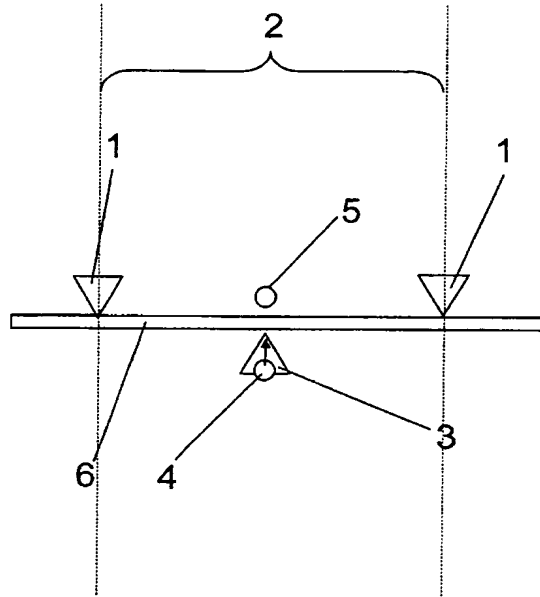
16. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 12 a 15, caracterizado pelo fato de que a fração de borracha de etileno-propileno (2) tem um teor de propileno de 10 a 50% em peso, com base na fração de borracha de etileno-propileno (2) total.

17. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 12 a 16, caracterizado pelo fato de que de 2 a 30% em peso de um homo- ou copolímero de etileno, baseado na composição de polipropileno total, é adicionado à composição.

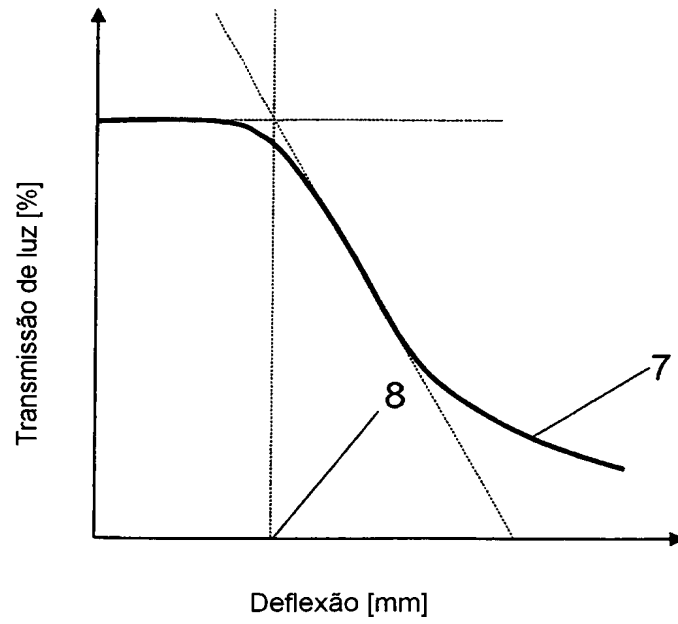
18. Artigo caracterizado pelo fato de que compreende a composição de polipropileno de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 11.

19. Uso de uma composição de propileno de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 11 caracterizado pelo fato de que é para a produção de artigos.

**FIGURA 1**



**FIGURA 2**



**RESUMO**

**COMPOSIÇÃO DE POLIPROPILENO, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO  
DE UMA COMPOSIÇÃO DE POLIPROPILENO MODIFICADA, ARTIGO E  
USO DE UMA COMPOSIÇÃO DE PROPILENO**

A presente invenção se refere a uma composição de poliolefina tendo uma resistência a alvejamento sob tensão aprimorada, sem perda de um bom equilíbrio de resistência a impacto e rigidez.