

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 945 963**

51 Int. Cl.:

C08F 210/06 (2006.01)

C08F 2/00 (2006.01)

C08L 23/14 (2006.01)

B32B 27/32 (2006.01)

B32B 27/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.12.2018** **E 18212641 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.04.2023** **EP 3666804**

54 Título: **Composición de polipropileno con combinación favorable de óptica, suavidad y bajo sellado**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
11.07.2023

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

WANG, JINGBO;
GAHLEITNER, MARKUS;
BERNREITNER, KLAUS;
LESKINEN, PAULI;
GRUENBERGER, MANFRED y
HUBNER, GERHARD

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 945 963 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de polipropileno con combinación favorable de óptica, suavidad y bajo sellado

5 La presente invención se refiere a una composición de polipropileno que tiene un índice de fluidez MFR_2 (230 °C/2,16 kg) medido de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 1,0 a 6,0 g/10 min, y una temperatura de fusión T_m medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC) en el intervalo de 120 a 145 °C, un proceso para la preparación de tal composición de polipropileno, y una película correspondiente.

10 Hay una tendencia creciente en la industria del envasado de alimentos y productos médicos al uso de materiales de poliolefina, tales como películas de polipropileno. Para aplicaciones médicas, tales como para bolsas médicas, así como para aplicación en alimentación, tal como para el envasado de alimentos, los copolímeros de propileno heterofásicos aleatorios (RAHECO) son un material de creciente interés ya que combinan los beneficios de los copolímeros de propileno heterofásicos (HECO) y los copolímeros aleatorios. Sin embargo, el copolímero de propileno heterofásico aleatorio (RAHECO) proporciona propiedades limitadas, especialmente en lo que respecta a sus
15 propiedades de sellado. Por consiguiente, se han desarrollado estructuras multicapa en las que se utiliza un copolímero de propileno heterofásico aleatorio (RAHECO) como capa central que proporciona suavidad y tenacidad en combinación con una capa interna hecha de un copolímero aleatorio con un alto contenido de etileno que proporciona propiedades de sellado. Sin embargo, tales estructuras introducen una alta complejidad en la conversión y reutilización de los materiales después del uso previsto.

Por consiguiente, sigue existiendo en la técnica la necesidad de proporcionar un material que combine los beneficios del copolímero de propileno heterofásico aleatorio (RAHECO), tales como la suavidad, y las propiedades de sellado del copolímero aleatorio. Asimismo, se desea que dicho material proporcione buenas propiedades ópticas antes y después de la esterilización. En otras palabras, es deseable un material que proporcione suavidad y capacidad de sellado en combinación con una buena óptica, especialmente claridad y turbidez a las películas preparadas a partir de dicho material.

El documento EP 3 064 548 A1 describe una composición de polipropileno que combina una baja temperatura de inicio del sellado (SIT) y un alto punto de fusión (T_m), y que muestra además una amplia ventana de sellado, un bajo contenido de solubles en hexano y buenas propiedades ópticas, como una baja turbidez. El documento WO 2015/022127 A1 describe una composición de polipropileno que comprende unidades de comonomero derivadas de etileno en una cantidad del 9,0 al 52,0 % en moles y unidades de comonomero derivadas de una α -olefina superior en una cantidad del 0,4 al 3,0 % en moles, en donde dicha composición de polipropileno tiene una cantidad de solubles en xileno frío de al menos el 30 % en peso, en donde además la fracción soluble en xileno frío tiene un contenido de etileno del 20,0 al 80,0 % en moles y un contenido de α -olefina superior del 0,1 al 1,5 % en moles. El documento EP 2 664 650 A1 describe un artículo moldeado que comprende una composición de polipropileno, en donde la composición de polipropileno comprende unidades de comonomero derivadas de etileno en una cantidad del 0,5 % en peso al 35 % en peso, y de al menos una α -olefina C5-12 en una cantidad del 1,0 % en moles al 3,0 % en moles, en donde la composición de polipropileno tiene una cantidad de solubles en xileno XS del 20 % en peso al 39 % en peso, y los solubles en xileno tienen una cantidad de unidades de comonomero derivadas de etileno del 4,0 % en peso al 70 % en peso.

El hallazgo de la presente invención es que una composición de polipropileno proporciona una excelente combinación de suavidad, capacidad de sellado y propiedades ópticas a películas si la composición de polipropileno tiene una combinación y una cantidad específicas de comonomeros.

Por consiguiente, la presente invención se dirige a una composición de polipropileno que tiene un índice de fluidez MFR_2 (230 °C/2,16 kg) medido de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 1,0 a 6,0 g/10 min, y una temperatura de fusión T_m medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC) en el intervalo de 120 a 145 °C, comprendiendo la composición de polipropileno una cantidad de una fracción soluble en xileno frío (XCS) determinada de acuerdo con la norma ISO 16152 (25 °C) en el intervalo del 5,0 al 30 % en peso, basado en el peso total de la composición, teniendo la fracción soluble en xileno frío (XCS) una viscosidad intrínseca (iV) determinada de acuerdo con la norma DIN ISO 162/1 (en decalina a 135 °C) en el intervalo de 1,2 a 3,0 dl/g y comprendiendo unidades de comonomero derivadas de

i) etileno en una cantidad del 4,0 al 50 % en peso, basado en el peso total de la fracción soluble en xileno frío (XCS); y
ii) α -hexeno en una cantidad del 0,5 al 10 % en peso, basado en el peso total de la fracción soluble en xileno frío (XCS).

De manera sorprendente, se ha descubierto que tal composición de polipropileno proporciona una excelente combinación de suavidad y capacidad de sellado junto con buenas propiedades ópticas antes y después de la esterilización. La composición de polipropileno de la invención es aplicable para la preparación de películas, especialmente películas para el envasado de alimentos y productos médicos tales como bolsas médicas.

ES 2 945 963 T3

En una realización de la presente invención, la composición de polipropileno comprende un copolímero de propileno (R-PP) en una cantidad del 70 al 95 % en peso, basado en el peso total de la composición.

5 En otra realización de la presente invención, el copolímero de propileno (R-PP) tiene un índice de fluidez MFR_2 (230 °C/2,16 kg) medido de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 1,0 a 15 g/10 min.

10 En una realización de la presente invención, el copolímero de propileno (R-PP) comprende una primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) y una segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2) y los contenidos de comonomero del copolímero de propileno (R-PP) y de la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) cumplen la inequación (I),

$$\frac{Co(RPP)}{Co(RPP1)} \geq 2,0 \quad (I),$$

15 en donde Co(RPP) es el contenido de comonomeros del copolímero de propileno (R-PP) en % en peso y Co(RPP1) es el contenido de comonomeros de la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) en % en peso.

20 En otra realización de la presente invención, la composición de polipropileno es un copolímero de propileno heterofásico (HECO) que comprende el copolímero de propileno (R-PP) y un copolímero elastomérico (E), en donde dicho copolímero de propileno (R-PP) comprende unidades derivadas de propileno, alfa-hexeno y, opcionalmente, etileno y dicho copolímero elastomérico (E) es un terpolímero (T) que comprende unidades derivadas de propileno, etileno y alfa-hexeno.

25 En otra realización adicional de la presente invención, la composición de polipropileno comprende una fracción insoluble en xileno frío (XCI) que comprende unidades de comonomero derivadas de a) etileno en una cantidad del 0 al 10 % en peso, basado en el peso total de la fracción insoluble en xileno frío (XCI), y b) alfa-hexeno en una cantidad del 1,0 al 12 % en peso, basado en el peso total de la fracción insoluble en xileno frío (XCI).

30 En una realización de la presente invención, la composición de polipropileno no comprende otro material polimérico diferente del copolímero elastomérico (E) y el copolímero de propileno (R-PP) en una cantidad superior al 5,0 % en peso, preferentemente superior al 2,5 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno.

En otra realización de la presente invención, la composición de polipropileno se prepara en presencia de un catalizador de metaloceno.

35 En otra realización adicional de la presente invención, la composición de polipropileno se ha producido en un proceso de múltiples etapas.

40 En una realización de la presente invención, la composición de polipropileno tiene, cuando se mide en una película fundida de 50 μm ,

- 45
- a) una claridad antes y/o después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 95,0 al 100,0 %, preferentemente del 97,0 al 100,0 %, y/o
 - b) una turbidez antes de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 1,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 0,8 %, y/o
 - c) una turbidez después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 10,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 8,0 %, y/o
 - d) un módulo de tracción en la dirección de máquina y/o en la dirección transversal medido de acuerdo con la norma ISO 527-3 a 23 °C en el intervalo de 200 a 600 MPa, preferentemente de 300 a 500 MPa.

50 Otro aspecto de la presente invención se refiere a un proceso para la preparación de una composición de polipropileno tal como se define en el presente documento, en donde se prepara un copolímero de propileno (R-PP) en una primera etapa y, opcionalmente, una segunda etapa y se prepara un copolímero elastomérico (E) en una etapa adicional en presencia del copolímero de propileno (R-PP).

55 De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención, se proporciona una película que comprende la composición de polipropileno de la invención que tiene, cuando se mide en una película fundida de 50 μm ,

- 60
- a) una claridad antes y/o después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 95,0 al 100,0 %, preferentemente del 97,0 al 100,0 %, y/o
 - b) una turbidez antes de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 1,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 0,8 %, y/o
 - c) una turbidez después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 10,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 8,0 %, y/o
 - d) un módulo de tracción en la dirección de máquina y/o en la dirección transversal medido de acuerdo con la norma ISO 527-3 a 23 °C en el intervalo de 200 a 600 MPa, preferentemente de 300 a 500 MPa.
- 65

De acuerdo con una realización, la película se prepara a partir de la composición de polipropileno tal como se define en el presente documento.

5 De acuerdo con otra realización, la película es una película multicapa y al menos una capa comprende la composición de polipropileno.

De acuerdo con otra realización adicional, la película es una película multicapa que tiene al menos tres capas ABC, en donde la capa B comprende la composición de polipropileno.

10

En lo sucesivo, la invención se define con más detalle.

La composición de polipropileno de acuerdo con la presente invención da como resultado especialmente películas que se caracterizan por su suavidad, capacidad de sellado y propiedades ópticas.

15

En consecuencia, es preferente que la composición de polipropileno tenga un módulo de tracción, cuando se mide en una película fundida de 50 µm, en la dirección de máquina y/o en la dirección transversal medido de acuerdo con la norma ISO 527-3 a 23 °C en el intervalo de 200 a 600 MPa, preferentemente de 300 a 500 MPa, más preferentemente de 300 a 448 MPa. Por ejemplo, la composición de polipropileno tiene un módulo de tracción, cuando se mide en una película fundida de 50 µm, en la dirección de máquina o en la dirección transversal medido de acuerdo con la norma ISO 527-3 a 23 °C en el intervalo de 200 a 600 MPa, preferentemente de 300 a 500 MPa, más preferentemente de 300 a 448 MPa. Preferentemente, la composición de polipropileno tiene un módulo de tracción, cuando se mide en una película fundida de 50 µm, en la dirección de máquina y en la dirección transversal medido de acuerdo con la norma ISO 527-3 a 23 °C en el intervalo de 200 a 600 MPa, preferentemente de 300 a 500 MPa, más preferentemente de 300 a 448 MPa.

20

25

La composición de polipropileno también proporciona buenas propiedades ópticas, especialmente buena claridad y turbidez antes y después de la esterilización de las películas.

30

Por lo tanto, se entiende que la composición de polipropileno, cuando se mide en una película fundida de 50 µm, preferentemente tiene una claridad antes y/o después de la esterilización de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 95,0 al 100,0 %, preferentemente del 97,0 al 100,0 %. Por ejemplo, la composición de polipropileno, cuando se mide en una película fundida de 50 µm, preferentemente tiene una claridad antes o después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 95,0 al 100,0 %, preferentemente del 97,0 al 100,0 %. Preferentemente, la composición de polipropileno, cuando se mide en una película fundida de 50 µm, preferentemente tiene una claridad antes y después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 95,0 al 100,0 %, preferentemente del 97,0 al 100,0 %.

35

40

Se entiende además que la composición de polipropileno, cuando se mide en una película fundida de 50 µm, tiene una turbidez antes de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0 al 1,0 %, preferentemente en el intervalo del 0 al 0,8 %, más preferentemente en el intervalo del 0,1 al 0,8 %.

45

Adicionalmente o como alternativa, la composición de polipropileno, cuando se mide en una película fundida de 50 µm, tiene una turbidez después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0 al 10,0 %, preferentemente en el intervalo del 0 al 8,0 %, más preferentemente en el intervalo del 1,0 al 8,0 %.

En una realización, la composición de polipropileno, cuando se mide en una película fundida de 50 µm, por lo tanto, tiene

50

a) una claridad antes y/o después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 95,0 al 100,0 %, preferentemente del 97,0 al 100,0 %, y/o

b) una turbidez antes de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 1,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 0,8 %, más preferentemente en el intervalo del 0,1 al 0,8 %, y/o

55

c) una turbidez después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 10,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 8,0 %, más preferentemente en el intervalo del 1,0 al 8,0 %, y/o

60

d) un módulo de tracción en la dirección de máquina y/o en la dirección transversal medido de acuerdo con la norma ISO 527-3 a 23 °C en el intervalo de 200 a 600 MPa, preferentemente de 300 a 500 MPa, más preferentemente de 300 a 448 MPa.

Por ejemplo, la composición de polipropileno, cuando se mide en una película fundida de 50 µm, tiene

65

a) una claridad antes y/o después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 95,0 al 100,0 %, preferentemente del 97,0 al 100,0 %, y

b) una turbidez antes de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01

al 1,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 0,8 %, más preferentemente en el intervalo del 0,1 al 0,8 %, y
 c) una turbidez después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del
 0,01 al 10,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 8,0 %, más preferentemente en el intervalo del 1,0 al
 8,0 %, y

5 d) un módulo de tracción en la dirección de máquina y/o en la dirección transversal medido de acuerdo con la
 norma ISO 527-3 a 23 °C en el intervalo de 200 a 600 MPa, preferentemente de 300 a 500 MPa, más
 preferentemente de 300 a 448 MPa.

10 Asimismo, la composición de polipropileno de la invención presenta una buena capacidad de sellado. Por consiguiente,
 la composición de polipropileno de la invención tiene preferentemente una temperatura de inicio del sellado (SIT)
 determinada mediante un método descrito en la sección de ejemplos del presente documento en el intervalo de 90 a
 110 °C, preferentemente de 96 a 108 °C.

15 Tal combinación de suavidad, capacidad de sellado y propiedades ópticas de las películas se consigue mediante una
 composición específica de polipropileno. Es decir, la composición de polipropileno debe cumplir requisitos específicos.

20 Se requiere especialmente que la composición de polipropileno tenga un índice de fluidez MFR_2 (230 °C, 2.16 kg)
 medido de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 1,0 a 6,0 g/10 min. Por ejemplo, la composición de
 polipropileno tiene un índice de fluidez MFR_2 (230 °C/2,16 kg) medido de acuerdo con la norma ISO 1133 en el
 intervalo de 1,0 a 4,0 g/10 min.

25 Adicionalmente, la composición de polipropileno debe tener una temperatura de fusión T_m medida por calorimetría
 diferencial de barrido (DSC) en el intervalo de 120 a 145 °C. Por ejemplo, la composición de polipropileno tiene una
 temperatura de fusión T_m medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC) en el intervalo de 122 a 142 °C,
 preferentemente de 124 a 140 °C y lo más preferentemente de 126 a 138 °C.

30 Se entiende además que la composición de polipropileno comprende una cantidad específica de una fracción soluble
 en xileno frío (XCS). La cantidad de la fracción soluble en xileno frío (XCS) (denominada también a veces solubles
 en xileno o XS) es un parámetro usado frecuentemente para determinar la cantidad de componentes elastoméricos y/o
 amorfos dentro de una composición polimérica. El método de medición se describe con más detalle a continuación en
 el apartado titulado "Métodos de medición". Como una primera aproximación, la cantidad de la fracción soluble en
 xileno frío (XCS) corresponde a la cantidad de componentes elastoméricos y aquellas cadenas poliméricas con bajo
 peso molecular y baja estereorregularidad.

35 En particular, la composición de polipropileno comprende una cantidad de una fracción soluble en xileno frío (XCS)
 determinada de acuerdo con la norma ISO 16152 (25 °C) en el intervalo del 5,0 al 30 % en peso, basado en el peso
 total de la composición. Preferentemente, la cantidad de fracción soluble en xileno frío (XCS) de la composición de
 polipropileno es del 10 al 30 % en peso, más preferentemente del 15 al 28 % en peso y lo más preferentemente del
 18 al 25 % en peso, basado en el peso total de la composición.

40 Tal como se ha indicado anteriormente, la composición de polipropileno comprende una combinación específica de
 unidades de comonomero. En particular, la fracción soluble en xileno frío (XCS) comprende unidades de comonomero
 derivadas de etileno y alfa-hexeno. Es decir, la fracción soluble en xileno frío (XCS) consiste preferentemente en
 unidades derivadas de propileno y unidades de comonomero derivadas de etileno y alfa-hexeno.

45 Se entiende que la fracción soluble en xileno frío (XCS) comprende unidades de comonomero derivadas de

- 50 i) etileno en una cantidad del 4,0 al 50 % en peso, basado en el peso total de la fracción soluble en xileno frío
 (XCS); y
- ii) alfa-hexeno en una cantidad del 0,5 al 10 % en peso, basado en el peso total de la fracción soluble en xileno frío
 (XCS).

Preferentemente, la fracción soluble en xileno frío (XCS) comprende unidades de comonomero derivadas de

- 55 i) etileno en una cantidad del 4,0 al 40 % en peso, más preferentemente del 4,0 al 30 % en peso, y lo más
 preferentemente del 5,0 al 20 % en peso, especialmente del 5,5 al 13,0 % en peso, basado en el peso total de la
 fracción soluble en xileno frío (XCS); y
- 60 ii) alfa-hexeno en una cantidad del 0,5 al 9,0 % en peso, más preferentemente, del 0,8 al 7,5 % en peso, y lo más
 preferentemente, del 1,0 al 6,0 % en peso, basado en el peso total de la fracción soluble en xileno frío (XCS).

En una realización, la fracción soluble en xileno frío (XCS) de la composición de polipropileno, por lo tanto, comprende,
 preferentemente consiste en, unidades de propileno y unidades de comonomero derivadas de

- 65 i) etileno en una cantidad del 4,0 al 50 % en peso, preferentemente del 4,0 al 40 % en peso, más preferentemente
 del 4,0 al 30 % en peso, y lo más preferentemente del 5,0 al 20 % en peso, especialmente del 5,5 al 13,0 % en
 peso, basado en el peso total de la fracción soluble en xileno frío (XCS); y

ii) alfa-hexeno en una cantidad del 0,5 al 10 % en peso, preferentemente, del 0,5 al 9,0 % en peso, más preferentemente, del 0,8 al 7,5 % en peso, y lo más preferentemente, del 1,0 al 6,0 % en peso, basado en el peso total de la fracción soluble en xileno frío (XCS).

5 La fracción soluble en xileno frío (XCS) de la composición de polipropileno tiene además una viscosidad intrínseca (iv) determinada de acuerdo con la norma DIN ISO 162/1 (en decalina a 135 °C) en el intervalo de 1,2 a 3,0 dl/g, preferentemente de 1,6 a 2,7 dl/g, más preferentemente de 1,8 a 2,5 dl/g.

10 Es preferente que la composición de polipropileno comprenda además un copolímero de propileno (R-PP) en una cantidad que varía del 70 al 95 % en peso, basado en el peso total de la composición. Por ejemplo, la cantidad de copolímero de propileno (R-PP) en la composición de polipropileno es del 70 al 90 % en peso, más preferentemente del 72 al 85 % en peso y lo más preferentemente del 75 al 82 % en peso, basado en el peso total de la composición.

15 Se entiende que la composición de polipropileno comprende además un copolímero elastomérico (E).

20 En una realización, la composición de polipropileno comprende del 70 al 95 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, del copolímero de propileno (R-PP), y del 5,0 al 30 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, del copolímero elastomérico (E). Más preferentemente, la composición de polipropileno comprende del 70 al 90 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, del copolímero de propileno (R-PP), y del 10 al 30 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, del copolímero elastomérico (E). Aún más preferentemente, la composición de polipropileno comprende del 72 al 85 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, del copolímero de propileno (R-PP), y del 15 al 28 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, del copolímero elastomérico (E). Lo más preferentemente, la composición de polipropileno comprende del 75 al 82 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, del copolímero de propileno (R-PP), y del 18 al 25 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, del copolímero elastomérico (E).

30 Se entiende que la composición de polipropileno comprende el copolímero de propileno (R-PP) y el copolímero elastomérico (E) preferentemente en una cantidad que varía del 95,0 al 100 % en peso, más preferentemente del 97,5 al 100 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno. Es decir, la composición de polipropileno no comprende otro material polimérico diferente del copolímero elastomérico (E) y el copolímero de propileno (R-PP) en una cantidad superior al 5,0 % en peso, preferentemente superior al 2,5 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno. Un polímero adicional que puede estar presente en dichas cantidades tan bajas es, p. ej., un polietileno que es un subproducto de reacción obtenido mediante la preparación del polipropileno heterofásico.

35 En una realización, la composición de polipropileno consiste en el copolímero de propileno (R-PP) y el copolímero elastomérico (E), es decir, la suma de las cantidades del copolímero de propileno (R-PP) y el copolímero elastomérico (E) es el 100 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno.

40 Se entiende que el polímero de propileno (R-PP) preferentemente tiene un índice de fluidez moderado. Por lo tanto, es preferente que el copolímero de propileno (R-PP) tenga un índice de fluidez MFR₂ (230 °C, 2,16 kg) determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 1,0 a 15 g/10 min, más preferentemente en el intervalo de 2,0 a 12 g/10 min, aún más preferentemente en el intervalo de 2,0 a 10 g/10 min, como en el intervalo de 2,0 a 8 g/10 min.

45 El copolímero de propileno (R-PP) es preferentemente un copolímero de propileno aleatorio (R-PP).

50 El término "aleatorio" indica que los comonómeros del copolímero de propileno aleatorio (R-PP), así como de la primera fracción de copolímero de propileno (aleatorio) (R-PP1) y la segunda fracción de copolímero de propileno (aleatorio) (R-PP2) se distribuyen aleatoriamente dentro de los copolímeros de propileno. El término aleatorio se entiende de acuerdo con la IUPAC (Glosario de términos básicos en la ciencia de los polímeros; Recomendaciones de la IUPAC de 1996).

55 El copolímero de propileno (R-PP) comprende preferentemente al menos dos fracciones de polímero, como dos o tres fracciones de polímero, siendo todos ellos copolímeros de propileno. Aún más preferentemente, el copolímero de propileno (R-PP) comprende, preferentemente consiste en, una primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) y una segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2).

60 En una realización, el copolímero de propileno (R-PP) comprende una primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) y una segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2) y los contenidos de comonómero del copolímero de propileno (R-PP) y de la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) cumplen la inequación (I),

$$\frac{Co(RPP)}{Co(RPP1)} \geq 2,0 \quad (I),$$

65 en donde Co(RPP) es el contenido de comonómeros del copolímero de propileno (R-PP) en % en peso y Co(RPP1) es el contenido de comonómeros de la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) en % en peso.

5 Por ejemplo, el copolímero de propileno (R-PP) comprende una primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) y una segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2) y los contenidos de comonomero del copolímero de propileno (R-PP) y de la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) cumplen la inecuación (Ia), más preferentemente la inecuación (Ib), aún más preferentemente la inecuación (Ic),

$$\frac{Co(RPP)}{Co(RPP1)} \geq 2,0 \quad (Ia),$$

$$\frac{Co(RPP)}{Co(RPP1)} \geq 2,5 \quad (Ib),$$

$$3,5 \geq \frac{Co(RPP)}{Co(RPP1)} \geq 2,5 \quad (Ic),$$

10 en donde Co(RPP) es el contenido de comonomeros del copolímero de propileno (R-PP) en % en peso y Co(RPP1) es el contenido de comonomeros de la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) en % en peso.

15 Preferentemente, la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) y la segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2) difieren en el contenido de comonomeros y/o en el índice de fluidez MFR₂ (230 °C/2,16 kg), más preferentemente difieren en el contenido de comonomeros y en el índice de fluidez MFR₂ (230 °C/2,16 kg).

20 Preferentemente, la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) es una fracción de copolímero con un contenido de comonomeros menor y la segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2) es una fracción de copolímero con un contenido de comonomeros mayor.

25 En consecuencia, es preferente que la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) tenga un contenido de comonomeros en el intervalo del 0,2 al 10 % en peso, preferentemente del 0,5 al 8,0 % en peso, más preferentemente del 0,8 al 6,0 % en peso y lo más preferentemente del 1,0 al 4,0 % en peso, y/o que la segunda fracción de copolímero de propileno tenga un contenido de comonomeros en el intervalo del 1,0 al 22 % en peso, preferentemente del 1,5 al 19 % en peso, más preferentemente del 2,5 al 14 % en peso y lo más preferentemente del 3,5 al 8,0 % en peso, basado en las fracciones globales (R-PP1) y (R-PP2), respectivamente.

30 Adicionalmente o como alternativa, la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) es la fracción de copolímero con el menor índice de fluidez MFR₂ (230 °C/2,16 kg) y la segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2) es la fracción de copolímero con el mayor índice de fluidez MFR₂ (230 °C/2,16 kg).

35 En consecuencia, es preferente que la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) tenga un índice de fluidez MFR₂ (230 °C/2,16 kg) en el intervalo de 1,0 a 10 g/10 min, más preferentemente en el intervalo de 1,2 a 6,0 g/10 min, aún más preferentemente en el intervalo de 1,4 a 4,0 g/10 min y/o que la segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2) tenga un índice de fluidez MFR₂ (230 °C/2,16 kg) en el intervalo de 1,0 a 12 g/10 min, más preferentemente en el intervalo de 1,5 a 10 g/10 min, aún más preferentemente, en el intervalo de 2,0 a 6,0 g/10 min.

40 El copolímero de propileno (R-PP) se produce preferentemente mediante un proceso de polimerización de una o varias etapas de propileno y alfa-hexeno y, opcionalmente, etileno, tal como la polimerización en masa, la polimerización en fase gaseosa, la polimerización en suspensión, la polimerización en solución o combinaciones de estas. El copolímero de propileno (R-PP) se puede fabricar bien en reactores de bucle o bien en una combinación de reactores de bucle y de fase gaseosa. Esos procesos son bien conocidos por un experto en la materia.

45 Se entiende que la composición de polipropileno es preferentemente un copolímero de propileno heterofásico (HECO) que comprende el copolímero de propileno (R-PP) y el copolímero elastomérico (E), en donde dicho copolímero de propileno (R-PP) comprende unidades derivadas de propileno, alfa-hexeno y, opcionalmente, etileno y dicho copolímero elastomérico (E) es un terpolímero (T) que comprende unidades derivadas de propileno, etileno y alfa-hexeno.

50 El copolímero de propileno heterofásico (HECO) de acuerdo con esta invención comprende una matriz (M) que es el copolímero de propileno (R-PP) y, disperso en esta, un copolímero de propileno elastomérico (E). Por lo tanto, la matriz (M) contiene inclusiones (finamente) dispersas que no son parte de la matriz (M) y dichas inclusiones contienen el copolímero de propileno elastomérico (E). El término inclusión indica que la matriz (M) y la inclusión forman fases diferentes dentro del copolímero de propileno heterofásico. La presencia de segundas fases o las denominadas inclusiones son, por ejemplo, visibles mediante microscopía de alta resolución, como microscopía electrónica o microscopía de fuerza atómica, o mediante análisis térmico mecánico dinámico (DMTA).

60 El copolímero de propileno (R-PP) corresponde, como una primera aproximación, a una fracción insoluble en xileno frío (XCI) en la composición de polipropileno.

En vista de lo anterior, se entiende que la composición de polipropileno comprende preferentemente una fracción

insoluble en xileno frío (XCI) en una cantidad que varía del 70 al 95 % en peso, basado en el peso total de la composición. Preferentemente, la cantidad de la fracción insoluble en xileno frío (XCI) en la composición de polipropileno es del 70 al 90 % en peso, más preferentemente del 72 al 85 % en peso y lo más preferentemente del 75 al 82 % en peso, basado en el peso total de la composición.

5 En una realización, la composición de polipropileno comprende del 70 al 95 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, de la fracción insoluble en xileno frío (XCI), y del 5,0 al 30 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, de la fracción soluble en xileno frío (XCS). Más preferentemente, la
10 composición de polipropileno comprende del 70 al 90 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, de la fracción insoluble en xileno frío (XCI), y del 10 al 30 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, de la fracción soluble en xileno frío (XCS). Aún más preferentemente, la composición de polipropileno comprende del 72 al 85 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, de la fracción insoluble en xileno frío (XCI), y del 15 al 28 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, de la fracción soluble en xileno frío (XCS). Lo más preferentemente, la composición de polipropileno
15 comprende del 75 al 82 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, de la fracción insoluble en xileno frío (XCI), y del 18 al 25 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno, de la fracción soluble en xileno frío (XCS).

20 En consecuencia, se prefiere que la fracción insoluble en xileno frío (XCI) comprenda unidades de comonomero derivadas de alfa-hexeno y, opcionalmente, etileno y. Es decir, la fracción insoluble en xileno frío (XCI) consiste preferentemente en unidades derivadas de propileno y unidades de comonomero derivadas de alfa-hexeno y, opcionalmente, etileno.

25 Se entiende que la fracción insoluble en xileno frío (XCI) comprende unidades de comonomero derivadas de

- i) etileno en una cantidad del 0 al 10 % en peso, basado en el peso total de la fracción insoluble en xileno frío (XCI),
y
- ii) alfa-hexeno en una cantidad del 1,0 al 12 % en peso, basado en el peso total de la fracción insoluble en xileno frío (XCI).

30 Preferentemente, la fracción insoluble en xileno frío (XCI) comprende unidades de comonomero derivadas de

- i) etileno en una cantidad del 0 al 9,0 % en peso, más preferentemente del 0 al 5,0 % en peso y lo más preferentemente del 0 al 1,0 % en peso, basado en el peso total de la fracción insoluble en xileno frío (XCI), y
- 35 ii) alfa-hexeno en una cantidad del 1,5 al 10 % en peso, más preferentemente del 2,5 al 9,0 % en peso, y lo más preferentemente del 3,5 al 7,0 % en peso, basado en el peso total de la fracción insoluble en xileno frío (XCI).

40 En una realización, la fracción insoluble en xileno en frío (XCI) de la composición de polipropileno, por lo tanto, comprende, preferentemente consiste en, unidades de propileno y unidades de comonomero derivadas de

- i) etileno en una cantidad del 0 al 9,0 % en peso, más preferentemente del 0 al 5,0 % en peso y lo más preferentemente del 0 al 1,0 % en peso, basado en el peso total de la fracción insoluble en xileno frío (XCI), y
- 45 ii) alfa-hexeno en una cantidad del 1,5 al 10 % en peso, más preferentemente del 2,5 al 9,0 % en peso, y lo más preferentemente del 3,5 al 7,0 % en peso, basado en el peso total de la fracción insoluble en xileno frío (XCI).

50 En vista de lo anterior, es preferente que el contenido total de comonomeros, es decir, la suma del alfa-hexeno y el etileno opcional, en la fracción insoluble en xileno en frío (XCI) de la composición de polipropileno sea del 1,0 al 22 % en peso, preferentemente del 1,5 al 19 % en peso, más preferentemente del 2,5 al 14 % en peso y lo más preferentemente del 3,5 al 8 % en peso, basado en el peso total de la fracción insoluble en xileno frío (XCI).

55 La composición de polipropileno como se define en la presente invención puede contener hasta un 5,0 % en peso de aditivos, como agentes de nucleación y antioxidantes, así como agentes de deslizamiento y agentes antibloqueo. Preferentemente, el contenido de aditivos (sin agentes de α -nucleación) es inferior al 3,0 % en peso, tal como inferior al 1,0 % en peso.

La composición de polipropileno de acuerdo con esta invención se prepara preferentemente en presencia de un catalizador de metaloceno.

60 La composición de polipropileno de acuerdo con la presente invención se prepara preferentemente en presencia de un catalizador de metaloceno (MC) que comprende un compuesto de un metal de transición.

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



65 en donde

5 cada Cp independientemente es un ligando de ciclopentadienilo condensado y/o sustituido o no sustituido, por ejemplo, un ciclopentadienilo sustituido o no sustituido, un ligando de indenilo sustituido o no sustituido o fluorenilo sustituido o no sustituido; seleccionándose de manera independiente el uno o más sustituyentes opcionales preferentemente entre halógeno, hidrocarbilo (por ejemplo, alquilo C1-C20, alqueno C2-C20, alquinilo C2-C20, cicloalquilo C3-C12, arilo C6-C20 o arilalquilo C7-C20), cicloalquilo C3-C12 que contiene 1, 2, 3 o 4 heteroátomos en el resto de anillo, heteroarilo C6-C20, haloalquilo C1-C20, $-\text{SiR}^n_3$, $-\text{OSiR}^n_3$, $-\text{SR}^n$, $-\text{PR}^n_2$, OR^n o $-\text{NR}^n_2$,

10 cada Rⁿ es independientemente un hidrógeno o un hidrocarbilo, p. ej. alquilo C1-C20, alqueno C2-C20, alquinilo C2-C20, cicloalquilo C3-C12 o arilo C6-C20; o p. ej., en el caso de NR^n_2 , los dos sustituyentes Rⁿ pueden formar un anillo, por ejemplo, un anillo de cinco o seis miembros, junto con el átomo de nitrógeno al que están unidos;

15 R es un puente con 1-3 átomos, por ejemplo, un puente con 1-2 átomos de C y 0-2 heteroátomos, en donde el heteroátomo o heteroátomos pueden ser p. ej. un átomo o átomos de Si, Ge y/u O, en donde cada uno de los átomos del puente puede llevar independientemente sustituyentes, tales como alquilo C1-C20, tri(alquil C1-C20)sililo, sustituyentes tri(alquil C1-C20)siloxi o arilo C6-C20); o un puente con 1-3, por ejemplo, uno o dos, heteroátomos, tales como un átomo o átomos de silicio, germanio y/u oxígeno, p. ej. $-\text{SiR}^{10}_2$, en donde cada R¹⁰ es independientemente alquilo C1-C20, cicloalquilo C3-12, arilo C6-C20 o residuo tri(alquil C1-C20)sililo, tal como trimetilsililo;

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

25 cada X es independientemente un ligando sigma, tal como H, halógeno, alquilo C1-C20, alcoxi C1-C20, alqueno C2-C20, alquinilo C2-C20, cicloalquilo C3-C12, arilo C6-C20, ariloxi C6-C20, arilalquilo C7-C20, arilalqueno C7-C20, $-\text{SR}^n$, $-\text{PR}^n_3$, $-\text{SiR}^n_3$, $-\text{OSiR}^n_3$, $-\text{NR}^n_2$ o $-\text{CH}_2\text{-Y}$, en donde Y es arilo C6-C20, heteroarilo C6-C20, alcoxi C1-C20, ariloxi C6-C20, NR^n_2 , $-\text{SR}^n$, $-\text{PR}^n_3$, $-\text{SiR}^n_3$, o $-\text{OSiR}^n_3$;

30 cada uno de los restos anteriormente mencionados solos o como parte de otro resto como sustituyente para Cp, X, Rⁿ o R pueden estar sustituidos además, p. ej., con un alquilo C1-C20 que puede contener átomos de Si y/u O; n es 1 o 2.

35 De manera adecuada, en cada X como $-\text{CH}_2\text{-Y}$, cada Y se selecciona independientemente entre arilo C6-C20, NR^n_2 , $-\text{SiR}^n_3$ o $-\text{OSiR}^n_3$. Lo más preferentemente, X como $-\text{CH}_2\text{-Y}$ es bencilo. Cada X distinto de $-\text{CH}_2\text{-Y}$ es independientemente halógeno, alquilo C1-C20, alcoxi C1-C20, arilo C6-C20, arilalqueno C7-C20 o $-\text{NR}^n_2$ tal como se define anteriormente, p. ej., $-\text{N}(\text{alquilo C1-C20})_2$.

40 Preferentemente, cada X es halógeno, metilo, fenilo o $-\text{CH}_2\text{-Y}$, y cada Y es independientemente tal como se define anteriormente.

Cp es preferentemente ciclopentadienilo, indenilo o fluorenilo, opcionalmente sustituido tal como se define anteriormente. Idealmente, Cp es ciclopentadienilo o indenilo.

45 En un subgrupo adecuado de los compuestos de fórmula (I), cada Cp lleva independientemente 1, 2, 3 o 4 sustituyentes tal como se define anteriormente, preferentemente 1, 2 o 3, tal como 1 o 2 sustituyentes, que se seleccionan preferentemente entre alquilo C1-C20, arilo C6-C20, arilalquilo C7-C20 (en donde el anillo arilo solo o como parte de un resto adicional puede estar sustituido además tal como se indica anteriormente), $-\text{OSiR}^n_3$, en donde Rⁿ es tal como se define anteriormente, preferentemente alquilo C1-C20.

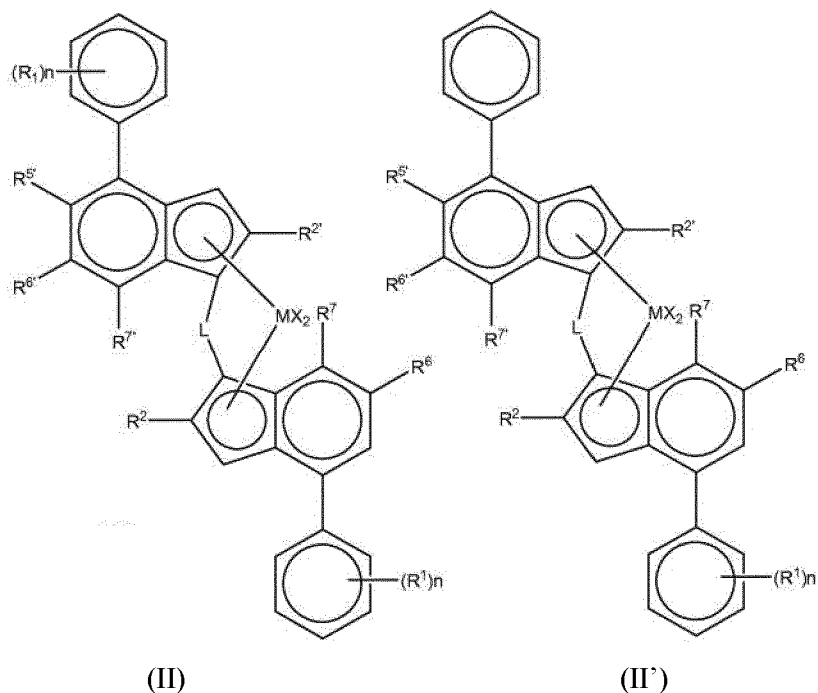
50 R es preferentemente un puente metileno, etileno o sililo, por lo que el sililo puede estar sustituido tal como se define anteriormente, p. ej. un (dimetil)Si=, (metilfenil)Si=, (metilciclohexil)silil= o (trimetilsililmetil)Si=; n es 0 o 1. Preferentemente, Rⁿ es distinto de hidrógeno.

55 Un subgrupo específico incluye los metallocenos bien conocidos de Zr y Hf con dos ligandos eta-5 que están puenteados con ligandos de ciclopentadienilo opcionalmente sustituidos con, p. ej., siloxi, o alquilo (p. ej., alquilo C1-6) tal como se define anteriormente, o con dos ligandos de indenilo puenteados opcionalmente sustituidos en cualquiera de los restos de anillo con, p. ej., siloxi o alquilo tal como se define anteriormente, p. ej. en las posiciones 2, 3, 4 y/o 7. Los puentes preferidos son etileno o $-\text{SiMe}_2$.

60 La preparación de los metallocenos se puede llevar a cabo de acuerdo con los métodos conocidos de la bibliografía, o de manera análoga a estos, y se encuentra dentro de la experiencia de una persona experta en el campo. Por lo tanto, para la preparación, véase, p. ej., el documento EP-A-129 368, para ejemplos de compuestos en los que el átomo de metal lleva un ligando $-\text{NR}^n_2$ véanse, entre otros, los documentos WO-A-985683 1 y WO-A-0034341. Para la preparación, véanse también, p. ej., los documentos EP-A-260 130, WO-A-9728170, WO-A-9846616, WO-A-9849208, 65 WO-A-9912981, WO-A-9919335, WO-A-9856831, WO-A-00 34341, EP-A-423 101 y EP-A-537 130.

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

Complejos preferidos de la invención son los de fórmula (II') o (II)



en donde

M es Zr;

cada X es un ligando sigma, preferentemente cada X es independientemente un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alcoxi C1-C6, alquilo C1-C6, fenilo o un grupo bencilo;

L es un puente divalente seleccionado entre de -R¹₂C-, -R¹₂C-CR¹₂-, -R¹₂Si-, -R¹₂Si-SiR¹₂-, -R¹₂Ge-, en donde cada R¹ es independientemente un átomo de hidrógeno, alquilo C1-C20, cicloalquilo C3-C10, tri(alquil C1-C20)sililo, arilo C6-C20, arilalquilo C7-C20,

cada R² o R²' es un grupo alquilo C1-C10;

R⁵' es un grupo alquilo C1-C10 o un grupo Z'R³';

R⁶ es hidrógeno o un grupo alquilo C1-C10;

R⁶' es un grupo alquilo C1-C10 o un grupo arilo C6-C10;

R⁷ es hidrógeno, un grupo alquilo C1-C6 o un grupo ZR³;

R⁷' es hidrógeno o un grupo alquilo C1-C10;

Z y Z' son independientemente O o S;

R³' es un grupo alquilo C1-C10, o un grupo arilo C6-C10 opcionalmente sustituido con uno o más grupos halógeno;

R³ es un grupo alquilo C1-C10;

cada n es independientemente de 0 a 4, por ejemplo, 0, 1 o 2;

y cada R¹ es independientemente un grupo hidrocarbilo C1-C20, p. ej. un grupo alquilo C1-C10.

5

Compuestos particularmente preferidos de la invención incluyen:

- dicloruro de *rac*-dimetilsilandiilbis[2-metil-4-(4-*tert*-butilfenil)-1,5,6,7-tetrahidro-s-indacen-1-il]zirconio
 10 dicloruro de *rac*-dimetilsilandiilbis(2-metil-4-fenil-5-metoxi-6-*tert*-butilinden-1-il)zirconio
rac-anti-Me₂Si(2-Me-4-Ph-6-*t*Bu-Ind)(2-Me-4-Ph-5-OMe-6-*t*Bu-Ind)ZrCl₂
rac-anti-Me₂Si(2-Me-4-(*p*-*t*BuPh)-Ind)(2-Me-4-Ph-5-OMe-6-*t*Bu-Ind)ZrCl₂
rac-anti-Me₂Si(2-Me-4-(3,5-di-*t*BuPh)-6-*t*Bu-Ind)(2-Me-4-Ph-5-OMe-6-*t*Bu-Ind)ZrCl₂
rac-anti-Me₂Si(2-Me-4-(*p*-*t*BuPh)-Ind)(2-Me-4-Ph-5-OC₆F₅-6-*t*Pr-Ind)ZrCl₂
rac-anti-Me(CyHex)Si(2-Me-4-Ph-6-*t*Bu-Ind)(2-Me-4-Ph-5-OMe-6-*t*Bu-Ind)ZrCl₂
 15 *rac*-anti-Me₂Si(2-Me-4-(3,5-di-*t*BuPh)-7-Me-Ind)(2-Me-4-Ph-5-OMe-6-*t*Bu-Ind)ZrCl₂
rac-anti-Me₂Si(2-Me-4-(3,5-di-*t*BuPh)-7-OMe-Ind)(2-Me-4-Ph-5-OMe-6-*t*Bu-Ind)ZrCl₂
rac-anti-Me₂Si(2-Me-4-(*p*-*t*BuPh)-6-*t*Bu-Ind)(2-Me-4-Ph-5-OMe-6-*t*Bu-Ind)ZrCl₂
rac-anti-Me₂Si(2-Me-4-(*p*-*t*BuPh)-Ind)(2-Me-4-(4-*t*BuPh)-5-OMe-6-*t*Bu-Ind)ZrCl₂
rac-anti-Me₂Si(2-Me-4-(*p*-*t*BuPh)-Ind)(2-Me-4-(3,5-*t*Bu₂Ph)-5-OMe-6-*t*Bu-Ind)ZrCl₂
 20 *rac*-anti-Me₂Si(2-Me-4-(*p*-*t*BuPh)-Ind)(2-Me-4-Ph-5-OMe-6-*t*Bu-Ind)ZrCl₂.

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

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

- 30 Es especialmente preferente que el catalizador de metalloceno no esté soportado, es decir, que no se use ningún portador externo. Con respecto a la preparación de tal complejo de metalloceno se hace referencia otra vez al documento WO 2015/011135 A1.

- 35 En el proceso de polimerización de acuerdo con la presente invención, preferentemente se introduce catalizador nuevo solo en el primer reactor o, si está presente, en el reactor o recipiente de prepólimerización, es decir, no se introduce catalizador nuevo en el segundo reactor ni en ningún reactor adicional que esté presente aguas arriba del primer reactor o aguas arriba del recipiente de prepólimerización. Catalizador nuevo indica la especie de catalizador virgen o la especie de catalizador virgen sometida a una prepólimerización.

- 40 La presente composición de polipropileno se produce preferentemente en un proceso de múltiples etapas, que comprende preferentemente al menos dos reactores conectados en serie.

- 45 Asimismo, la relación en peso entre la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) y la segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2) es preferentemente de 20:80 a 80:20, más preferentemente de 25:75 a 75:25, aún más preferentemente de 40:60 a 60:40.

- La composición de polipropileno se obtiene preferentemente mediante un proceso en donde el copolímero de propileno (R-PP) se prepara en una primera etapa y, opcionalmente, en una segunda etapa y el copolímero elastomérico (E) se prepara en una etapa posterior en presencia del copolímero de propileno (R-PP).

- 50 En particular, la composición de polipropileno se obtiene preferentemente mediante un proceso de polimerización secuencial que comprende las etapas de

- a) polimerizar, en un primer reactor (R1), propileno, alfa-hexeno y, opcionalmente, etileno, obteniendo una primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1),
 55 b) transferir la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) a un segundo reactor (R2),
 c) polimerizar en dicho segundo reactor (R2), en presencia de la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1), propileno, alfa-hexeno y, opcionalmente, etileno, obteniendo una segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2), formando dicha primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) y dicha segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2) el copolímero de propileno (R-PP),
 60 d) transferir dicho copolímero de propileno (R-PP) a un tercer reactor (R3),
 e) polimerizar en dicho tercer reactor (R3), en presencia del copolímero de propileno (R-PP), propileno, etileno y alfa-hexeno, obteniendo una tercera fracción de polímero, siendo dicha fracción de polímero el copolímero elastomérico (E), formando dicho copolímero de propileno (R-PP) y dicho copolímero de propileno elastomérico (E) la composición de polipropileno.

65

Para realizaciones preferidas de la composición de polipropileno, el copolímero de propileno (R-PP), la primera

fracción de copolímero de propileno (R-PP1), la segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2) y el copolímero elastomérico (E) se hace referencia a las definiciones dadas anteriormente.

5 La expresión "proceso de polimerización secuencial" indica que la composición de polipropileno se produce en al menos dos, tal como tres, reactores conectados en serie. En consecuencia, el presente proceso comprende al menos un primer reactor, un segundo reactor, y opcionalmente, un tercer reactor. La expresión "proceso de polimerización" indica que tiene lugar la polimerización principal. Por lo tanto, en el caso de que el proceso consista en tres reactores de polimerización, esta definición no excluye la opción de que el proceso global comprenda, por ejemplo, una etapa de prepolimerización en un reactor de prepolimerización. La expresión "consiste en" es únicamente una formulación
10 cerrada a la vista del proceso de polimerización principal.

El primer reactor es preferentemente un reactor de suspensión y puede ser cualquier reactor de tanque agitado discontinuo simple o continuo o cualquier reactor de bucle que funciona en masa o en suspensión. En masa significa una polimerización en un medio de reacción que comprende al menos el 60 % (p/p) de monómero. De acuerdo con la
15 presente invención, el reactor de suspensión es, preferentemente, un reactor de tipo bucle (en masa).

El segundo reactor y el tercer reactor son, preferentemente, reactores de fase gaseosa. Dichos reactores de fase gaseosa pueden ser cualquier reactor tanto de mezcla mecánica como de lecho fluido. Preferentemente, los reactores de fase gaseosa comprenden un reactor de lecho fluido agitado mecánicamente con velocidades del gas de al menos
20 0,2 m/s. Por lo tanto, se entiende que el reactor de fase gaseosa es un reactor de tipo lecho fluidizado, preferentemente con un agitador mecánico.

Por lo tanto, en una realización preferida, el primer reactor es un reactor de suspensión, tal como un reactor de bucle, mientras que el segundo reactor y el tercer reactor (R3) son reactores de fase gaseosa (GPR). En consecuencia, para
25 el presente proceso, se usan al menos tres, preferentemente tres reactores de polimerización, a saber, un reactor de suspensión, tal como un reactor de bucle, un primer reactor de fase gaseosa y un segundo reactor de fase gaseosa conectados en serie. Si fuera necesario, antes del reactor de suspensión se coloca un reactor de prepolimerización.

Un proceso de múltiples etapas preferido es un proceso de "bucle-fase gaseosa", tal como el desarrollado por Borealis A/S, Dinamarca (conocido como tecnología BORSTAR®) descrito, por ejemplo, en la bibliografía de patente, tal como
30 en los documentos EP 0 887 379, WO 92/12182, WO 2004/000899, WO 2004/111095, WO 99/24478, WO 99/24479 o WO 00/68315.

Un proceso de suspensión-fase gaseosa adecuado adicional es el proceso Spheripol® de Basell.

Preferentemente, en el presente proceso para producir la composición de polipropileno tal como se define anteriormente, las condiciones para el primer reactor, es decir, el reactor de suspensión, tal como un reactor de bucle, pueden ser las siguientes:

- 40
- la temperatura está en el intervalo de 50 °C a 110 °C, preferentemente entre 60 °C y 100 °C, más preferentemente entre 68 °C y 95 °C,
 - la presión está en el intervalo de 2 MPa a 8 MPa (20 bar a 80 bar), preferentemente entre 4 MPa y 7 Mpa (40 bar y 70 bar),
 - se puede añadir hidrógeno para controlar la masa molar de una manera conocida *per se*.

45 Posteriormente, la mezcla de reacción del primer reactor se transfiere al segundo reactor, es decir, el reactor de fase gaseosa, donde las condiciones son, preferentemente, las siguientes:

- 50
- la temperatura está en el intervalo de 50 °C a 130 °C, preferentemente entre 60 °C y 100 °C,
 - la presión está en el intervalo de 0,5 MPa a 5 MPa (5 bar a 50 bar), preferentemente entre 1,5 MPa y 3,5 Mpa (15 bar y 35 bar),
 - se puede añadir hidrógeno para controlar la masa molar de una manera conocida *per se*.

La condición en el tercer reactor es similar a la del segundo reactor.

55 El tiempo de residencia puede variar en las tres zonas de reactor.

En una realización del proceso para producir la composición de polipropileno, el tiempo de residencia en el reactor en masa, por ejemplo, de bucle está en el intervalo de 0,1 a 2,5 horas, por ejemplo, de 0,15 a 1,5 horas, y el tiempo de
60 residencia en el reactor de fase gaseosa será generalmente de 0,2 a 6,0 horas, tal como de 0,5 a 4,0 horas.

Si se desea, la polimerización se puede efectuar de una manera conocida en condiciones supercríticas en el primer reactor, es decir, en el reactor de suspensión, tal como en el reactor de bucle, y/o en modo condensado en los reactores de fase gaseosa.

65 Preferentemente, el proceso comprende también una prepolimerización con el sistema catalizador, tal como se

describe con detalle anteriormente.

5 En una realización preferida, la prepolimerización se realiza como una polimerización en suspensión en masa en propileno líquido, es decir, la fase líquida comprende principalmente propileno, con una cantidad minoritaria de otros reactantes y, opcionalmente, componentes inertes disueltos en él.

La reacción de prepolimerización se realiza normalmente a una temperatura de 10 a 60 °C, preferentemente de 15 a 50 °C.

10 La presión en el reactor de prepolimerización no es crítica, pero debe ser suficientemente elevada para mantener la mezcla de reacción en fase líquida. Por lo tanto, la presión puede ser de 2 a 10 MPa (de 20 a 100 bar), por ejemplo, de 3 a 7 MPa (de 30 a 70 bar).

15 Los componentes del catalizador se introducen todos preferentemente en la etapa de prepolimerización.

Es posible añadir también otros componentes a la etapa de prepolimerización. Por lo tanto, se puede añadir hidrógeno en la etapa de prepolimerización para controlar el peso molecular del prepolímero, tal como es conocido en la técnica. Además, se puede usar un aditivo antiestático para evitar que las partículas se adhieran entre sí o a las paredes del reactor.

20 El control preciso de las condiciones de prepolimerización y los parámetros de reacción están comprendidos en los conocimientos del experto en la materia.

25 De acuerdo con la invención, la composición de polipropileno se obtiene mediante un procedimiento de polimerización de múltiples etapas, tal como se describe anteriormente, en presencia de un sistema de catalizador, tal como se describe anteriormente.

La presente invención no solo se refiere a la composición de polipropileno sino también a películas fabricadas a partir de ella.

30 En consecuencia, otro aspecto de la presente invención se refiere a una película que comprende la composición de polipropileno que tiene, cuando se mide en una película fundida de 50 µm,

35 a) una claridad antes y/o después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM una claridad antes y/o después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 95,0 al 100,0 %, preferentemente del 97,0 al 100,0 %, y/o

b) una turbidez antes de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 1,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 0,8 %, más preferentemente en el intervalo del 0,1 al 0,8 %, y/o

40 c) una turbidez después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 10,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 8,0 %, más preferentemente en el intervalo del 1,0 al 8,0 %, y/o

45 d) un módulo de tracción en la dirección de máquina y/o en la dirección transversal medido de acuerdo con la norma ISO 527-3 a 23 °C en el intervalo de 200 a 600 MPa, preferentemente de 300 a 500 MPa, más preferentemente de 300 a 448 MPa.

Por ejemplo, la película, cuando se mide en una película fundida de 50 µm, tiene

50 a) una claridad antes y/o después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 95,0 al 100,0 %, preferentemente del 97,0 al 100,0 %, y

b) una turbidez antes de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 1,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 0,8 %, más preferentemente en el intervalo del 0,1 al 0,8 %, y

55 c) una turbidez después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 10,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 8,0 %, más preferentemente en el intervalo del 1,0 al 8,0 %, y

d) un módulo de tracción en la dirección de máquina y/o en la dirección transversal medido de acuerdo con la norma ISO 527-3 a 23 °C en el intervalo de 200 a 600 MPa, preferentemente de 300 a 500 MPa, más preferentemente de 300 a 448 MPa.

60 Asimismo, la película tiene una buena capacidad de sellado. Por consiguiente, la película de la invención tiene preferentemente una temperatura de inicio del sellado (SIT) determinada mediante un método descrito en la sección de ejemplos del presente documento en el intervalo de 90 a 110 °C, preferentemente de 96 a 108 °C.

65 Se entiende que la película se prepara preferentemente a partir de la composición de polipropileno definida en el presente documento.

La película es preferentemente una película multicapa, en donde al menos una capa comprende la composición de polipropileno.

5 Por ejemplo, la película es una película multicapa que tiene al menos tres capas ABC, en donde la capa B comprende la composición de polipropileno. En particular, la película multicapa comprende capas adicionales además de la capa que comprende la composición de polipropileno. La naturaleza y el número de estas capas adicionales están determinados por el uso de la película.

10 Se entiende que, aparte de la capa B de la película multicapa, cualquiera o varias otras capas pueden comprender también la composición de polipropileno de la presente invención. Por ejemplo, cada una de las capas de una película multicapa que tiene al menos tres capas ABC se puede preparar a partir de la composición de polipropileno de la presente invención.

15 Los métodos para producir tales películas son bien conocidos en la técnica. En una realización, la capa que comprende la composición de polipropileno y las capas adicionales opcionales se coextruyen para producir la estructura de película adecuada. A continuación, la película coextruida se puede soplar para formar una película. En otra realización, las capas se producen por separado y se laminan conjuntamente. También es posible coextruir la capa que comprende la composición de polipropileno y laminar después las capas adicionales opcionales.

20 Asimismo, la presente invención se refiere a una película esterilizable o esterilizada. Más preferentemente, la invención se refiere a bolsas, especialmente a bolsas esterilizables o esterilizadas, que comprenden, preferentemente, que consiste en, la película definida en el presente documento. Además, dicha bolsa se ha sometido preferentemente a un tratamiento de esterilización.

25 La presente invención se describirá con más detalle mediante los ejemplos proporcionados a continuación.

Ejemplos

A. Métodos de medición

30 Las siguientes definiciones de términos y expresiones y métodos de determinación se aplican a la descripción general anterior de la invención, así como a los siguientes ejemplos a menos que se defina lo contrario.

35 La **MFR₂ (230 °C)** se mide de acuerdo con la norma ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg de carga).

Quantificación de la microestructura mediante espectroscopia de RMN

40 Se usó espectroscopía de resonancia magnética nuclear (RMN) cuantitativa para cuantificar el contenido de comonomeros de los polímeros.

45 Los espectros de RMN de ¹³C{¹H} cuantitativa se registraron en el estado fundido usando un espectrómetro de RMN Bruker Advance III 500 que funcionaba a 500,13 y 125,76 MHz en ¹H y ¹³C, respectivamente. Todos los espectros se registraron usando un cabezal de sonda de giro de ángulo mágico (MAS, *Magic-Angle Spinning*) de 7 mm optimizado para ¹³C a 180 °C usando gas de nitrógeno para todos los elementos neumáticos. Aproximadamente 200 mg de material se empaquetaron en un rotor MAS de zirconia de 7 mm de diámetro externo y se centrifugaron a 4 kHz. Esta configuración se seleccionó principalmente por la alta sensibilidad necesaria para una identificación rápida y una cuantificación precisa (Klimke, K., Parkinson, M., Piel, C., Kaminsky, W., Spiess, H. W., Wilhelm, M., *Macromol. Chem. Phys.* 2006; 207:382; Parkinson, M., Klimke, K., Spiess, H. W., Wilhelm, M., *Macromol. Chem. Phys.* 2007; 208:2128; Castignolles, P., Graf, R., Parkinson, M., Wilhelm, M., Gaborieau, M., *Polymer* 50 (2009) 2373).

50 "Standard single-pulse excitation was employed utilising the transient NOE at short recycle delays of 3s" [Pollard, M., Klimke, K., Graf, R., Spiess, H. W., Wilhelm, M., Sperber, O., Piel, C., Kaminsky, W., *Macromolecules* 2004;37:813; Klimke, K., Parkinson, M., Piel, C., Kaminsky, W., Spiess, H. W., Wilhelm, M., *Macromol. Chem. Phys.* 2006; 207:382] y el esquema de desacoplamiento RS-HEPT (Filip, X., Tripon, C., Filip, C., *J. Mag. Resn.* 2005, 176, 239; Griffin, J. M., Tripon, C., Samoson, A., Filip, C., y Brown, S. P., *Mag. Res. en Chem.* 2007 45, S1, S198). Se adquirieron un total de 1024 (1 k) transitorios por espectro.

60 Los espectros de RMN ¹³C{¹H} cuantitativa se procesaron, se integraron y se determinaron las propiedades cuantitativas relevantes a partir de las integrales. Todos los desplazamientos químicos se referencian internamente a la pentada isotáctica de metilo (mmmm) a 21,85 ppm.

65 La presencia de regiodefectos 2,1-eritro se indicó mediante la presencia de los sitios metilo Pαβ y Pαγ a 17,7 y 17,2 ppm y el sitio metileno Sααβ (e9) a 42,4 ppm y se confirmó mediante otras señales características (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., *Chem. Rev.* 2000, 100, 1253).

$$P_{21e} = I_{e9}$$

ES 2 945 963 T3

La cantidad total de propeno con inserción secundaria (2,1) se cuantificó como la suma de todas las unidades que contenían propeno con inserción secundaria:

$$5 \quad P_{21} = P_{21e}$$

No se observaron las señales características correspondientes a otros tipos de regiodefectos (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., *Chem. Rev.* 2000, 100, 1253).

10 La cantidad de propeno con inserción primaria (1,2) se cuantificó en función de los sitios metileno del propeno entre 48,1 y 45,0 ppm (I_{CH_2}) con corrección para cualquier sitio incluido no relacionado con la inserción primaria:

$$P_{12} = I_{CH_2} + 2 \cdot P_{21e} + H + E + 0,5 \cdot EE$$

15 Se cuantificó la cantidad total de propeno como la suma de propeno con inserción primaria (1,2) y todos los regiodefectos:

$$P_{total} = P_{12} + P_{21}$$

20 Se observaron señales características correspondientes a la incorporación de 1-hexeno y se calculó la fracción de comonomero como la fracción de 1-hexeno en el polímero con respecto a todos los monómeros en el polímero:

$$f_{Htotal} = H_{total} / (E_{total} + P_{total} + H_{total})$$

25 La cantidad de 1-hexeno aislado incorporado en las secuencias de PPHPP se cuantificó usando la integral de los sitios αB_4 a 44,1 ppm, lo que representa el número de sitios indicadores por comonomero:

$$H = I_{\alpha B_4} / 2$$

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

$$H_{total} = H$$

35 Se observaron señales características correspondientes a la incorporación de etileno y se calculó la fracción de comonomero como la fracción de etileno en el polímero con respecto a todos los monómeros en el polímero:

$$f_{Etotal} = E_{total} / (E_{total} + P_{total} + H_{total})$$

40 La presencia de incorporación de etileno no consecutiva en secuencias de PPEPEPP se indicó mediante la presencia del sitio $T\delta\delta$ a 33,1 ppm y se confirmó mediante otras señales características.

45 La cantidad de etileno aislado incorporado de manera no consecutiva en las secuencias de PPEPP y PPEPEPP se cuantificó, respectivamente, usando la integral de los sitios $S\beta\beta$ a 24,5 ppm, lo que representa el número de sitios indicadores por comonomero:

$$E = I_{S\beta\beta}$$

50 Cuando era observable, la cantidad de etileno incorporado dos veces de manera consecutiva en las secuencias de PPEEPP se cuantificó usando la integral del sitio $S\beta\delta$ a 27,1 ppm, lo que representa el número de sitios indicadores por comonomero:

$$EE = I_{S\beta\delta}$$

55 Cuando era observable, la cantidad de etileno incorporado tres veces o más de manera consecutiva en las secuencias de PP(E)_nPP se cuantificó usando la integral de los sitios $S\delta\delta$ y $S\gamma\delta$ a 30,1 y 37,4 ppm, lo que representa el número de sitios indicadores por comonomero:

$$EEE = (I_{S\delta\delta} / 2) + (I_{S\gamma\delta} / 4)$$

60 El contenido total de etileno se calculó basándose en la suma de etileno observable aislado incorporado de manera consecutiva:

$$E_{total} = E + EE + EEE$$

65 Se calculó el porcentaje en moles de la incorporación de comonomero a partir de la fracción molar:

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

$$E [\% \text{ en moles}] = 100 * fE_{\text{total}}$$

5

Se calculó el porcentaje en peso de la incorporación de comonomero a partir de la fracción molar:

$$H [\% \text{ en peso}] = 100 * (fH_{\text{total}} * 84,16) / ((fE_{\text{total}} * 28,05) + (fH_{\text{total}} * 84,16) + ((1 - (fE_{\text{total}} + fH_{\text{total}})) * 42,08))$$

10

$$E [\% \text{ en peso}] = 100 * (fE_{\text{total}} * 28,05) / ((fE_{\text{total}} * 28,05) + (fH_{\text{total}} * 84,16) + ((1 - (fE_{\text{total}} + fH_{\text{total}})) * 42,08))$$

La **viscosidad intrínseca** se midió de acuerdo con la norma DIN ISO 1628/1, octubre de 1999 (en decalina a 135 °C).

15

Los solubles en xileno frío (XCS, % en peso) y los insolubles en xileno frío (XCI, % en peso): El contenido de solubles en xileno frío (XCS) se determinó a 25 °C de acuerdo con la norma ISO 16152; primera edición; 01-07-2005. En particular, los solubles en xileno frío (XCS) se determinaron filtrando la mezcla y secando la solución. La parte que permaneció insoluble, es decir, el residuo en el filtro, es la fracción insoluble en xileno frío (XCI).

20

La **temperatura de fusión (T_m)** se midió con un aparato de calorimetría diferencial de barrido (DSC) Mettler TA820 en muestras de 5 a 10 mg. La DSC se realiza de acuerdo con la norma ISO 11357-3: 1999 en un ciclo de calor / frío / calor con una velocidad de barrido de 10 °C/min en el intervalo de temperaturas de +23 a +210 °C.

25

La **turbidez y la claridad** se determinaron de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 y en películas fundidas de 50 µm de espesor producidas en una línea de película fundida monocapa.

30

El **módulo de tracción** en la dirección de máquina y transversal se determinó de acuerdo con la norma ISO 527-3 a 23 °C en películas fundidas de 50 µm de espesor producidas en una línea de película fundida monocapa con una temperatura de fusión de 220 °C y una temperatura del rodillo de enfriamiento de 20 °C. El ensayo se realizó a una velocidad de la cruceta de 1 mm/min.

35

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

40

Temperatura de inicio del sellado (SIT); temperatura final del sellado (SET), intervalo de sellado: El método determina el intervalo de temperaturas de sellado (intervalo de sellado) de películas de polipropileno, en particular películas sopladas o películas fundidas. El intervalo de temperaturas de sellado es el intervalo de temperaturas, en donde las películas pueden sellarse de acuerdo con las condiciones dadas a continuación. El límite inferior (temperatura de inicio del termosellado (SIT)) es la temperatura de sellado a la que se alcanza una fuerza de sellado de > 5 N. El límite superior (temperatura final del sellado (SET)) se alcanza cuando las películas se adhieren al dispositivo de sellado. El intervalo de sellado se determina en una máquina de sellado universal J&B Tipo 3000 con una película de 50 o 100 µm de espesor con los siguientes

45

parámetros adicionales: Anchura de la muestra: 25,4 mm

Presión de sellado: 0,1 N/mm²

Tiempo de sellado: 0,1 s

Tiempo de enfriamiento: 99 s

Velocidad de despegado: 10 mm/s

50

Temperatura de inicio: 80 °C

Temperatura final: 150 °C. Incrementos: 10 °C. La muestra se sella A con A a cada temperatura de la barra de sellado y la resistencia (fuerza) del sellado se determina en cada etapa. Se determina la temperatura a la que la resistencia del sellado alcanza los 5 N.

55

B. Ejemplos

Preparación del sistema de catalizador para los ejemplos de la invención

60

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

65

Polimerización y granulación

Las composiciones poliméricas IE1 y IE2 se produjeron en una planta piloto de Borstar que comprendía un reactor de prepolimerización, un reactor de bucle y dos reactores de fase gaseosa. Las condiciones de polimerización se indican en la tabla 1.

Ambas composiciones de polipropileno IE1 y IE2 se combinaron en una extrusora de doble tornillo de corrotación ZSK 57 de Coperion a 220 °C con un 0,2 % en peso de Irganox B225 (mezcla 1:1 de Irganox 1010 (Pentaeritritil-5 tetrakis(3-(3',5'-di-*tert*-butil-4-hidroxitoluil)-propionato y tris(2,4-di-*t*-butilfenil)fosfato)fosfito) de BASF AG, Alemania) y un 0,1 % en peso de estearato de calcio seguido de solidificación de las hebras de masa fundida resultantes en un baño de agua y granulación.

Tabla 1: Condiciones del proceso de polimerización y propiedades de las composiciones de polipropileno

Reactor de prepolim. B1	IE1	IE2
Temp. (°C)	20	20
Pres. (kPa)	5336	5340
Reactor de bucle B2		
Temp. (°C)	70	70
Pres. (kPa)	5225	5224
Relación H2/C3 (mol/kmol)	0,1	0,1
Relación C6/C3 (mol/kmol)	3,1	3,1
Relación C2/C3 (mol/kmol)	0	0
Contenido de C6 (bucle) (% en peso)	1,7	1,7
Contenido de C2 (bucle) (% en peso)	0,0	0,0
Bucle MFR (g/10 min)	2,0	2,0
División (% en peso)	35	37
GPR1 B3		
Temp. (°C)	75	75
Pres. (kPa)	2400	2400
Relación H2/C3 (mol/kmol)	1,4	1,1
Relación C6/C3 (mol/kmol)	9,3	9,5
Relación C2/C3 (mol/kmol)	0,0	0,0
GPR1 MFR(g/10 min)	3,4	3,3
Contenido de C6 (GPR1) (% en peso)	5,0	5,1
Contenido de C2 (GPR1) (% en peso)	0,0	0,0
División (% en peso)	65	63
GPR2 B4		
Temp. (°C)	65	65
Pres. (kPa)	2500	2491
Relación H2/C3 (mol/kmol)	0,013	0,043
Relación C6/C3 (mol/kmol)	0,0	0,0
Relación C2/C3 (mol/kmol)	411	320

15 **Producción de la película fundida**

Las películas se produjeron en una línea piloto de Barnag CAST-Coex, equipada con una extrusora de 60 mm de

ES 2 945 963 T3

diámetro y una relación L/D de 30. Se utilizó una matriz de percha con un ancho de matriz de 800 mm y un espacio de matriz de 0,5 mm. Las películas de 50 µm se produjeron en modo fundido con una producción de 60 kg/h, una velocidad de línea de 30 m/min y una temperatura de fusión de 239 °C. Ajustes de rodillo: 1.º rodillo: diámetro de 400 mm y 15 °C; 2.º rodillo: diámetro de 250 mm y 25 °C. Se aplicó fijación eléctrica mediante carga electrostática.

5 Las características de las composiciones de polipropileno y los resultados de las películas se proporcionan a continuación en la tabla 2.

Tabla 2: Características de las composiciones de polipropileno y los resultados de las películas

	IE1	IE2	CE1	CE2
MFR (g/ 10 min)	2,6	3,2	4	8
XCS (% en peso)	21,36	20,81	19	9,8
iV (XCS) (dl/g)	2,39	2,07	1,5	n.d.
C2/XCS (% en peso)	6,5	9,0	29	n.d.
C6/XCS (% en peso)	2,9	1,9	0,0	n.d.
C2/XCI (% en peso)	0	0	n.d.	n.d.
C6/XCI (% en peso)	5,2	5,2	n.d.	n.d.
Tm (°C)	133	132	142	140
Módulo de tracción en la dirección de máquina (MPa)	432	430	449	488
Módulo de tracción en la dirección transversal (MPa)	440	446	413	501
Turbidez antes de la esterilización (%)	0,71	0,36	1,49	0,17
Turbidez después de la esterilización (%)	2,93	7,33	3,5	15
Claridad antes de la esterilización (%)	97,7	99,2	98,5	100
Claridad después de la esterilización (%)	97,6	98,7	97,6	91
SIT [°C]	101	n.d.	118	114
CE1 corresponde al copolímero de propileno aleatorio comercial SC820CF de Borealis AG y se prepara utilizando un catalizador de Ziegler-Natta.				
CE2 corresponde al copolímero de propileno aleatorio comercial RD808CF de Borealis AG y se prepara utilizando un catalizador de Ziegler-Natta.				

10 A partir de los resultados, se puede deducir que las composiciones de polipropileno de la invención IE1 e IE2 tienen una excelente combinación de suavidad, y capacidad de sellado en combinación con una buena óptica, especialmente claridad y turbidez. En particular, la temperatura de inicio del sellado (SIT) es más de 10 °C inferior a la de los ejemplos comparativos CE1 y CE2.

REIVINDICACIONES

1. Composición de polipropileno que tiene un índice de fluidez MFR_2 (230 °C/2,16 kg) medido de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 1,0 a 6,0 g/10 min, y una temperatura de fusión T_m medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC) en el intervalo de 120 a 145 °C, comprendiendo la composición de polipropileno una cantidad de una fracción soluble en xileno frío (XCS) determinada de acuerdo con la norma ISO 16152 (25 °C) en el intervalo del 5 al 30 % en peso, basado en el peso total de la composición, teniendo la fracción soluble en xileno frío (XCS) una viscosidad intrínseca (IV) determinada de acuerdo con la norma DIN ISO 162/1 (en decalina a 135 °C) en el intervalo de 1,2 a 3,0 dl/g y comprendiendo unidades de comonomero derivadas de
- 10 i) etileno en una cantidad del 4,0 al 50 % en peso, basado en el peso total de la fracción soluble en xileno frío (XCS); y
ii) alfa-hexeno en una cantidad del 0,5 al 10 % en peso, basado en el peso total de la fracción soluble en xileno frío (XCS).
- 15 2. La composición de polipropileno de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la composición de polipropileno comprende un copolímero de propileno (R-PP) en una cantidad del 70 al 95 % en peso, basado en el peso total de la composición.
- 20 3. La composición de polipropileno de acuerdo con la reivindicación 2, en donde el copolímero de propileno (R-PP) tiene un índice de fluidez MFR_2 (230 °C/2,16 kg) medido de acuerdo con la norma ISO 1133 en el intervalo de 1,0 a 15 g/10 min.
- 25 4. La composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el copolímero de propileno (R-PP) comprende una primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) y una segunda fracción de copolímero de propileno (R-PP2) y los contenidos de comonomero del copolímero de propileno (R-PP) y de la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) cumplen la inecuación (I),
- $$\frac{Co(RPP)}{Co(RPP1)} \geq 2,0 \quad (I),$$
- 30 en donde $Co(RPP)$ es el contenido de comonomeros del copolímero de propileno (R-PP) en % en peso y $Co(RPP1)$ es el contenido de comonomeros de la primera fracción de copolímero de propileno (R-PP1) en % en peso.
- 35 5. La composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la composición de polipropileno es un copolímero de propileno heterofásico (HECO) que comprende el copolímero de propileno (R-PP) y un copolímero elastomérico (E), en donde dicho copolímero de propileno (R-PP) comprende unidades derivadas de propileno, alfa-hexeno y, opcionalmente, etileno y dicho copolímero elastomérico (E) es un terpolímero (T) que comprende unidades derivadas de propileno, etileno y alfa-hexeno.
- 40 6. La composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde la composición de polipropileno comprende una fracción insoluble en xileno frío (XCI) que comprende unidades de comonomero derivadas de
- 45 a) etileno en una cantidad del 0 al 10 % en peso, basado en el peso total de la fracción insoluble en xileno frío (XCI), y
b) alfa-hexeno en una cantidad del 1,0 al 12 % en peso, basado en el peso total de la fracción insoluble en xileno frío (XCI).
- 50 7. La composición de polipropileno de acuerdo con las reivindicaciones 5 o 6, en donde la composición de polipropileno no comprende otro material polimérico diferente del copolímero elastomérico (E) y del copolímero de propileno (R-PP) en una cantidad superior al 5,0 % en peso, preferentemente superior al 2,5 % en peso, basado en el peso total de la composición de polipropileno.
- 55 8. La composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde la composición de polipropileno se prepara en presencia de un catalizador de metaloceno.
9. La composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la composición de polipropileno se ha producido en un proceso de múltiples etapas.
- 60 10. La composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde la composición de polipropileno, cuando se mide en una película fundida de 50 μm , tiene
- 65 a) una claridad antes y/o después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 95,0 al 100,0 %, preferentemente del 97,0 al 100,0 %, y/o
b) una turbidez antes de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01

ES 2 945 963 T3

- al 1,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 0,8 %, y/o
c) una turbidez después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 10,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 8,0 %, y/o
5 d) un módulo de tracción en la dirección de máquina y/o en la dirección transversal medido de acuerdo con la norma ISO 527-3 a 23 °C en el intervalo de 200 a 600 MPa, preferentemente de 300 a 500 MPa.
11. Un proceso para la preparación de una composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde se prepara un copolímero de propileno (R-PP) en una primera etapa y,
10 opcionalmente, una segunda etapa y se prepara un copolímero elastomérico (E) en una etapa adicional en presencia del copolímero de propileno (R-PP).
12. Una película que comprende la composición de polipropileno de las reivindicaciones 1 a 10, que tiene, cuando se mide en una película fundida de 50 µm,
- 15 a) una claridad antes y/o después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 95,0 al 100,0 %, preferentemente del 97,0 al 100,0 %, y/o
b) una turbidez antes de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 1,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 0,8 %, y/o
20 c) una turbidez después de la esterilización medida de acuerdo con la norma ASTM D1003-00 en el intervalo del 0,01 al 10,0 %, preferentemente en el intervalo del 0,01 al 8,0 %, y/o
d) un módulo de tracción en la dirección de máquina y/o en la dirección transversal medido de acuerdo con la norma ISO 527-3 a 23 °C en el intervalo de 200 a 600 MPa, preferentemente de 300 a 500 MPa.
13. La película de acuerdo con la reivindicación 12 preparada a partir de la composición de polipropileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.
25
14. Película de acuerdo con las reivindicaciones 12 o 13, en donde la película es una película multicapa y al menos una capa comprende la composición de polipropileno.
- 30 15. Película de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, en donde la película es una película multicapa que tiene al menos tres capas ABC, en donde la capa B comprende la composición de polipropileno.