

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN
EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad
Intelectual
Oficina internacional



(43) Fecha de publicación internacional
9 de Abril de 2009 (09.04.2009)

PCT

(10) Número de Publicación Internacional
WO 2009/043946 A1

(51) Clasificación Internacional de Patentes:
C08K 5/06 (2006.01) *C08K 5/36* (2006.01)
C08K 5/20 (2006.01) *C08L 23/02* (2006.01)

(74) Mandatarios: **ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto de**
etc.; c/ Miguel Angel, 21, 2º, E-28010 Madrid (ES).

(21) Número de la solicitud internacional:
PCT/ES2007/070165

(22) Fecha de presentación internacional:
2 de Octubre de 2007 (02.10.2007)

(25) Idioma de presentación: español

(26) Idioma de publicación: español

(71) Solicitante (para todos los Estados designados salvo US):
DOW GLOBAL TECHNOLOGIES INC. [US/US];
2040 Dow Center, Midland, Michigan 48674 (US).

(81) Estados designados (a menos que se indique otra cosa,
para toda clase de protección nacional admisible): AE,
AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW,
BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP,
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME,
MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ,
OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK,
SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US,
UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(72) Inventores; e

(75) Inventores/Solicitantes (para US solamente): **LLOP,**
Cosme [ES/ES]; C/ Sabino Arana, 6-3º2º, E-08028
Barcelona (ES). **MANRIQUE, Antonio** [ES/ES]; c/
Beethoven, 69, E-43007 Tarragona (ES). **KARJALA,**
Teresa P. [US/US]; 56 Mandevilla Court, Lake Jackson,
TX 77566 (US). **WALTHER, Brian W.** [US/US]; 309
Williamsburg, Clute, TX 77531 (US). **CHEN, Jiaxing**
[US/US]; 709 Enchanted Oaks, Angleton, TX 77515 (US).

(84) Estados designados (a menos que se indique otra cosa,
para toda clase de protección regional admisible): ARIPO
(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ,
UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD,
RU, TJ, TM), europea (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,
MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF,
CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD,
TG).

Publicada:
— con informe de búsqueda internacional

(54) Title: METHODS FOR REDUCING POLAR ADDITIVES NECESSARY FOR USE IN POLYOLEFINS

(54) Título: MÉTODOS PARA LA REDUCCIÓN DE ADITIVOS POLARES NECESARIOS PARA USO EN POLIOLEFINAS

(57) Abstract: The invention relates to a method for improving the effectiveness of polar additives used in polyolefins, in which an effective quantity of a coadditive compound having formula $R_1(OCH_2CH_2)_xOH$ is incorporated into the polyolefin prior to the formation of the film, wherein R_1 is a linear or branched alkyl chain with 20 to 60 carbon atoms and x varies between 2 and 100. The presence of these materials in polyolefin resins enables the use of a smaller quantity of polar additives without reducing the effectiveness thereof, as well as improving optical properties for films produced using said resins.

(57) Resumen: Se divulga un método para mejorar la eficacia de los aditivos polares utilizados en las poliolefinas. El método hace referencia a la incorporación de una cantidad efectiva de compuesto de co-aditivo con la fórmula $R_1(OCH_2CH_2)_xOH$ a la poliolefina antes de formar el filme, donde R_1 es una cadena lineal o ramificada alquil de 20 a 60 átomos de carbono y x varía entre 2 y 100. La presencia de estos materiales en las resinas de poliolefina permite utilizar una cantidad inferior de aditivos polares sin perder su eficacia, y conlleva asimismo una mejora de las propiedades ópticas para los filmes fabricados con dichas resinas.

WO 2009/043946 A1

MÉTODOS PARA LA REDUCCIÓN DE ADITIVOS POLARES
NECESARIOS PARA USO EN POLIOLEFINAS

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención hace referencia a un método para reducir la cantidad
5 de aditivos polares necesarios para uso en materiales resina de poliolefina. El método
incluye la incorporación a la resina de materiales que presentan la fórmula
 $R_1(OCH_2CH_2)_xOH$, donde R_1 es una cadena lineal o ramificada de alquil de 20 a 60 átomos
de carbono, y x varía entre 2 y 100. Los materiales co-aditivos utilizados en la presente
invención están especialmente indicados para su uso con aditivos de amidas grasas
10 utilizados como agentes antifricción para las resinas de poliolefina como el polietileno lineal
bajo de baja densidad, sustancialmente los polímeros de etileno lineal y los copolímeros
oleofínicos de bloque.

Antecedentes y resumen de la invención

Generalmente, los aditivos se utilizan con materiales de poliolefina para
15 conferir diversas propiedades a la resina, con el fin de que resulte más adecuada para su uso
previsto. Entre dichos aditivos pueden citarse plastificantes, antioxidantes (p.ej., fenólicos
obstaculizada (p.ej., IrganoxTM 1010 fabricado por Ciba Specialty Ch.)), aditivos de
adherencia (p.ej., poliisobutileno (PIB)), estabilizadores de calor (p.ej., fosfitos (p.ej.,
IrgafosTM 168)), pigmentos, estabilizadores de luz (p.ej., benzofenon CyasorbTM UV 531
20 fabricado por Cytec Industries y estabilizador de luz de amina obstaculizada TinuvinTM 622
fabricado por Ciba Specialty Ch.), auxiliares tecnológicos (p.ej., glicoles de polietileno,
fluoropolímeros, fluoroelastómeros, ceras), retardantes de llama (p.ej., retardante de llama
con base de fósforo AmgardTM CPC 102 fabricado por Albright and Wilson Americas),
lubricantes (p.ej., ceras, estearatos, aceites minerales), agentes antifricción (p.ej., erucamida,
25 oleamida), agentes de reticulado (p.ej., peróxidos, (p.ej., BoosterTM fabricado por DuPont)),
agentes antiniebla (p.ej., éster de sorbitán AtmerTM 100 fabricado por Uniqema),
modificadores de impacto (p.ej., resina de filme modificada con goma PaxonTM Pax Plus
fabricada por Allied Corp.), agentes antiestáticos (p.ej., amina etoxilada terciaria Armostat
410 fabricada por Akzo Chemicals, Inc.), etc.

Si bien estos materiales puede aportar características beneficiosas a la resina, añaden un gasto. Por ello, sería beneficioso reducir el volumen de aditivos utilizados, manteniendo al mismo tiempo con carácter general la eficacia del aditivo.

5 Asimismo, si los aditivos pueden separarse fácilmente de la resina durante el proceso, pueden causar potencialmente acumulaciones no deseables en los equipos, siendo necesaria la parada para su limpieza, y diluyendo los efectos deseados de dichos aditivos en el filme final. En consecuencia, sería deseable mejorar la resistencia de uno o más aditivos del material de resina.

Se ha descubierto que uno o más de dichos objetivos pueden be ampliarse añadiendo al menos un componente con la fórmula $R_1(OCH_2CH_2)_xOH$ a la resina de poliolefina, donde R_1 es una cadena lineal o ramificada alquil de 20 a 60 átomos de carbono, y x está entre 2 y 100. Por consiguiente, un aspecto de la presente invención es la utilización de un compuesto con la fórmula $R_1(OCH_2CH_2)_xOH$ como co-aditivo para aditivos polares en una resina de poliolefina, donde R_1 es una cadena lineal o ramificada alquil de 20 a 60
15 átomos de carbono, y está entre x 2 y 100.

Se ha observado que los co-aditivos de la presente invención cuentan con mayor capacidad para permanecer unidos a la resina de poliolefina. Se considera que este fenómeno es, en parte, el resultado de la resistencia al movimiento dado el peso molecular relativamente elevado de los materiales y, en parte, del incremento de las fuerzas de Van der
20 Waal resultantes de la cola no polar relativamente larga. Asimismo, se considera que los grupos OH al final de estas colas pueden utilizarse como enlaces de hidrógeno para fijar aditivos polares, como las amidas grasas, como las erucamida, que se utiliza comúnmente como agente antifricción en poliolefinas. Por consiguiente, los efectos de los aditivos polares, en particular de los que funcionan como modificar de superficie, como los agentes
25 antifricción, se obtienen con menos material cuando el aditivo se encuentra en la superficie, la posición ideal para que resulte eficaz. Asimismo, los efectos se mantienen a lo largo de un período de tiempo mayor, ya que el aditivo se adhiere a la resina en mayor grado que otros aditivos de uso común.

Asimismo, es importante que los co-aditivos no afecten negativamente al
30 rendimiento de los productos fabricados con las resinas que incluyen el co-aditivo. Por ejemplo, es deseable que la sellabilidad de los filmes fabricados con resina que incorpora los co-aditivos no se deteriore sustancialmente.

Descripción detallada de la invención

Por un lado, la presente invención hace referencia al uso como co-aditivo para su empleo con cualquier aditivo polar, siendo el co-aditivo un compuesto con la fórmula $R_1(OCH_2CH_2)_xOH$, donde R_1 es una cadena lineal o ramificada alquil de 20 a 100 átomos de carbono, y x está entre 2 y 100. En numerosas aplicaciones, es preferible que R_1 sea una cadena lineal alquil con un valor medio de 30 átomos de carbono, y x presente un valor medio de aproximadamente 5. En otras aplicaciones, puede resultar beneficioso contar con cadenas de óxido de etileno más cortas, en las que x sea de 2 a 25, ó incluso de 2 a 10. Asimismo, para otras aplicaciones puede ser preferible que R_1 sea una cadena ramificada, o que R_1 tenga de 20 a 60 átomos de carbono. Dichos compuestos se describen más ampliamente para su uso como agentes hidrofílicos para la mejora de la humectabilidad en WO02/42530, que se incorpora en su integridad al presente documento por referencia. Un ejemplo de dichos compuesto está disponible comercialmente como concentrado en polipropileno de transporte de Ciba Specialty Chemicals, Inc. con el nombre comercial de Irgasurf™ HL 560. Están disponibles comercialmente otros ejemplos a través de Baker Petrolite, con el nombre comercial de etoxilatos UNITHOX.

Sin pretender limitarse a la teoría, se considera que la adición de compuestos con la fórmula $R_1(OCH_2CH_2)_xOH$ permite que los grupos OH de cola se fijen a la superficie del polímero debido a su peso molecular relativamente elevado y a la compatibilidad frente a los aditivos antifricción convencionales. Estos grupos OH polares pueden utilizarse como fuente de enlaces de hidrógeno, con el fin de proporcionar anclajes químicos de agrupamiento para aditivos polares que pueden ser amidas grasas, como la erucamida, que se utiliza comúnmente como agente antifricción en poliolefinas. Por consiguiente, los efectos de los aditivos polares, en particular de los realizan una función de modificador de superficie, como los agentes antifricción, se obtienen con menos material, ya que el aditivo se mantiene en la posición ideal para resultar eficaz. Asimismo, los efectos se mantienen a lo largo de un período de tiempo mayor, ya que el aditivo se mantiene en la superficie y no se pierde durante las etapas de proceso.

El co-aditivo de la presente invención se añadirá preferiblemente a la resina en una cantidad de aproximadamente 200 ppm, alternativamente 500 ppm, o de 1000 ppm a aproximadamente 3000 ppm, alternativamente 2500 ppm, ó 2000 ppm, en función de la

resina total o de la mezcla de resina. Para las fibras, como es bien conocido en el sector, generalmente es preferible utilizar cantidades inferiores de aditivos dentro de la gama de variación mencionada (por ejemplo, de aproximadamente 200 ppm a aproximadamente 1000 ppm) para evitar problemas en el hilado de la fibra.

5 Estos materiales pueden utilizarse con cualquier resina de poliolefina, o con una resina de poliolefina que contenga una mezcla. Los materiales de poliolefina recomendados son los plastómeros y/o los elastómeros. Entre los plastómeros y/o elastómeros basados en poliolefina recomendados pueden citarse los plastómeros y elastómeros de polietileno, los plastómeros de polipropileno, los copolímeros oleofínicos de bloque (también denominados copolímeros oleofínicos estadísticos multibloque), el 10 polietileno lineal de baja densidad, el polietileno de muy baja densidad, el polietileno de baja densidad y alta presión, y el polietileno de alta densidad. Entre los elastómeros y plastómeros basados en polietileno pueden citarse los polímeros de etileno lineal homogéneamente ramificado como los de la patente estadounidense núm.. 3.645.992, y los 15 polímeros de etileno sustancialmente lineales como los descritos en la patente estadounidense 5.272.236, en la patente estadounidense 5.278.272, en la patente estadounidense 5.582.923 y en la patente estadounidense 5.733.155, y/o mezclas de los mismos (como las reveladas en las patentes estadounidenses 3.914.342 ó 5.854.045). Dichas referencias se incorporan en su integridad al presente documento por referencia. Asimismo, 20 entre los polímeros con base de polietileno están los copolímeros de etileno de alta presión, como el interpolímero de etileno vinil acetato, el interpolímero de ácido acrílico de etileno, el interpolímero etileno etil acetato, el interpolímero de ácido metacrílico etileno, el ionómero de ácido metacrílico etileno, etc. Son preferibles los polímeros de etileno sustancialmente lineales. Los polímeros de etileno sustancialmente lineales están 25 disponibles comercialmente a través de Dow Chemical Company, con el nombre comercial de AFFINITY™.

Entre los elastómeros y plastómeros con base de propileno pueden citarse los plastómeros y elastómeros con base de propileno descritos en WO03/040442, y en la 30 solicitud de patentes estadounidense 60/709688 presentada el 19 de agosto de 2005 (incorporándose ambas en su integridad al presente documento por referencia – algunos de estos materiales están disponibles comercialmente a través de The Dow Chemical Company con el nombre comercial de VERSIFY™), y los plastómeros y elastómeros con base de

propileno que comercializa ExxonMobil Chemical con el nombre comercial de VISTAMAXX™.

Entre los copolímeros alfaoleofínicos de bloque de etileno segmentados se incluyen los descritos, por ejemplo, en WO 2005/090427, WO 2005/090425 y WO 5 2005/090426, incorporándose todos ellos en su integridad al presente documento por referencia. Algunas de dichas resinas están disponibles comercialmente a través de The Dow Chemical Company con el nombre comercial de INFUSE™.

Los polímeros recomendados para su uso en la presente invención son los que contienen una estructura polimérica que contenga un mínimo de 50% de átomos de 10 carbono, siendo más recomendable un 65% de átomos de carbono, y siendo más recomendable un 75% de átomos de carbono. Los polímeros que más se benefician de utilizar la presente invención son aquellos con una energía superficial relativamente baja. La energía superficial puede medirse utilizando diversas técnicas convencionales, y son conocidos por los especialistas de esta disciplina, como la medida del ángulo de contacto del 15 agua (ASTM D 2578) o la medición directa utilizando un estilete de medida en dinas (ASTM D 2578), como los marcadores *ACCU DYNE TEST*™ que comercializa Diversified Enterprises, Claremont, NH.

En ciertos modos de realización, puede resultar beneficioso seleccionar una resina base que tenga una densidad (determinada con arreglo a ASTM D-792) de 0,87 g/cm³, 20 0,90 g/cm³, 0,91 g/cm³ ó 0,92 g/cm³ a aproximadamente 0,96 g/cm³, 0,95 g/cm³ ó 0,94 g/cm³. Asimismo, puede resultar beneficioso para determinadas aplicaciones seleccionar una resina base que presente un índice de fusión (determinado con arreglo a ASTM D-1238, Condición 190 C/2.16 kilogramo (kg)) de 0,5 g/10 min, preferiblemente 1,0 g/10 min., más 25 preferentemente 2 g/10 min a aproximadamente 20 g/10 min, preferiblemente 18 g/10 min., más preferentemente 15 g/10 min.

El aditivo polar de la presente invención puede ser cualquier aditivo comúnmente utilizado con resinas de poliolefina. Entre los aditivos funcionales se encuentran los plastificantes, antioxidantes (p.ej., fenólicos obstaculizados (p.ej., Irganox™ 1010 fabricado por Ciba Specialty Ch.)), estabilizadores de calor (p.ej., fosfitos (p.ej., 30 Irgafos™ 168)), aditivos de adherencia (p.ej., poliisobutileno (PIB)), pigmentos, estabilizadores de luz (p.ej., benzofenon Cyasorb™ UV 531 fabricado por Cytec Industries y

estabilizador de luz de amina obstaculizada Tinuvin™ 622 fabricado por Ciba Specialty Ch.), complementos técnicos (p.ej., glicoles de polietileno, fluoropolimeros, fluoroelastímeros, ceras), retardantes de llama (p.ej., retardante de llama con base de fósforo Amgard™ CPC 102 fabricado por Albright and Wilson Americas), lubricantes (p.ej., ceras, 5 estearatos, aceites minerales), agentes antifricción (p.ej., erucamida, oleamida), agentes de enlace (p.ej., peróxidos, (p.ej., Booster™ fabricado por DuPont)), agentes antiniebla (p.ej., éster de sorbitán Atmer™ 100 fabricado por Uniqema), modificadores de impacto (p.ej., resina de filme modificada de goma Paxon™ Pax Plus fabricada por Allied Corp.), agentes antiestáticos (p.ej., amina etoxilada terciaria Armostat 410 fabricada por Akzo Chemicals, 10 Inc.), etc.

Un tipo de aditivo añadido comúnmente a las poliolefinas para su uso en filmes son los agentes antifricción. Los agentes antifricción son con frecuencia polares y, por ello se adaptan eficazmente a la presente invención. Preferiblemente, el agente antifricción es un compuesto orgánico (incluyendo las sales de metales del mismo) con un componente de 15 hidrocarburo de tipo cera o cadena, y es semi-compatible con la poliolefina. Los agentes antifricción pueden ser amidas de un ácido graso mono o dicarboxílico que presentan un número de átomos de carbono de entre 8 y 30, y en particular cuentan con entre 12 y 24 átomos de carbono que pueden estar saturados o insaturados de etileno, con amoniaco o mono o diaminas que presentan entre 2 y 10 átomos de carbono, como las aminas primarias 20 alquil o las diaminas alkilen. Como ejemplos de dichos agentes antifricción pueden citarse la oleamida, behenamida, estearamida, erucamida y diamina NN' alkilen bis estearamida, bis oleamida o bis erucamida, oleil palmitamida, estearil erucamida, etilen-bis-estearamida y etilen-bis-oleamida. Asimismo, el agente antifricción puede ser una cera de hidrocarburo.

Debido a que los co-aditivos de la presente invención permiten la utilización 25 de menos aditivo polar sin una pérdida proporcional de eficacia, pueden añadirse aditivos en cantidades inferiores a las observadas con carácter general. Para la erucamida en filmes, fibras o artículos fabricados, puede añadirse de modo efectivo en un rango de 250 ppm a 2% en peso. Para numerosas aplicaciones, será preferible que el co-aditivo se añada en una cantidad de 1500 ppm o inferior, por ejemplo 1000 ppm o menos, 750 ppm o menos, 500 30 ppm o menos o, incluso, menos de 200 ppm.

El aditivo(s) y el co-aditivo de la presente invención puede añadirse utilizando cualquier procedimiento conocido en esta disciplina, como mediante concentrado

y mezcla de productos combinados. Puede utilizarse de modo efectivo polipropileno como agente de transporte de polímeros para formar un concentrado para el co-aditivo.

Asimismo, pueden añadirse otros aditivos no polares a los materiales de poliolefina, en función del uso previsto. Si bien se ha hallado que los propios co-aditivos
5 objeto de la presente invención poseen cierta actividad antibloqueo, puede ser deseable añadir agentes antibloqueo adicionales, por ejemplo, agentes antibloqueo de silicio como el dióxido de silicio. Ello puede resultar en particular deseable para el uso en filmes. Por ejemplo, un paquete de aditivos apropiado para su uso en la fabricación de filmes de poliolefina puede incluir dióxido de silicio, erucamida e Irgasurf™ HL 560.

10 El aditivo y el co-aditivo que contienen resinas, objeto de la presente invención, pueden utilizarse en cualquier aplicación en la que se utilicen poliolefinas actualmente. La invención puede tener una utilidad especial en fibras y en filmes.

Los volúmenes inferiores de aditivos que permite la utilización del co-aditivo da como resultado la capacidad de producir filmes que presentan mejores propiedades
15 ópticas que los disponibles anteriormente. Por consiguiente, pueden obtenerse filmes que contienen al menos 300 ppm aproximadamente de agente antibloqueo y, a pesar de ello, estén caracterizados con un brillo (determinado a 45° utilizando ASTM D2457-90) superior a 50 aproximadamente, junto con una claridad óptica total (determinada utilizando la norma ISO 14782, con un espesor del filme de 50 micrones) inferior al 14% aproximadamente.

20 Los filmes fabricados utilizando la presente invención pueden fabricarse según los procesos normalizados del sector. Por consiguiente, pueden utilizarse por ejemplo con filmes mono o coextruidos que pueden someterse opcionalmente a un tratamiento corona.

Se aportan los ejemplos siguientes para ilustrar con mayor detalle la presente
25 invención, si bien no tienen por objeto limitar la invención a las configuraciones específicas descritas.

EJEMPLOS

Para los ejemplos siguientes, se ha utilizado un plastómero de copolímero etileno/1-octeno con una densidad de 0,904 g/cm³ y un índice de fusión de 1,0 g/10 min
30 como resina base. Por ello, cada ejemplo contiene una combinación única de aditivos, que se muestra en la Tabla 1. Por ejemplo, el ejemplo comparativo 1 contenía 750 ppm de erucamida, 0 ppm de Irgasurf™ y 2500 ppm de sílice. El sílice utilizado en estos ejemplos

era de tipo fundente de tierra de diatomeas calcinada, con una distribución de tamaño de partículas del 90% inferior a 20.2 μm y menos del 10% inferior a 2.3 μm .

A continuación, dichos materiales se conformaron en filmes utilizando una línea de filme inyectado convencional de laboratorio, con un extrusor de husillo sencillo de 30 mm de diámetro. El polímero y los aditivos se mezclaron con gránulos fuera de línea y se añadieron a la sección de alimentación del extrusor a través de una unidad de alimentación automatizada. Se preparó una burbuja monocapa con un índice de inyección de 2.5:1, que se enfrió a temperatura ambiente. La burbuja se hizo colapsar y se enrolló con una tensión mínima para ayudar a retirar del rollo las muestras de prueba. Los rollos se almacenaron a temperatura ambiente y en un ambiente predominantemente a salvo de la luz.

Las probetas de filme se retiraron del rollo en función del tiempo transcurrido, como se indicaba en las tablas. La integridad de las probetas se optimizó utilizando técnicas de laboratorio minuciosas, como el uso de guantes para cortar los filmes del rollo, y reduciendo al mínimo el contacto con la superficie de prueba. La geometría exacta de las probetas se mantuvo uniforme, ya que todas las muestras se redujeron a partir de una muestra más grande utilizando una troqueladora.

Se midió el coeficiente de fricción (COF) en modo estático y en modo dinámico, utilizando un medidor universal (Instron 5564) con arreglo al método de ensayo de ASTM 1894-06. Se realizaron experimentos sobre el filme desplazándolo por una superficie de aluminio, así como una prueba de filme contra filme. En general, es deseable un COF dinámico de filme contra filme inferior o igual a aproximadamente 0,3, preferiblemente inferior o igual a 0,2.

En la Tabla 2 se presentan los datos de COF generados mientras el filme está en contacto consigo mismo al moverse (es decir, la capa interior de la burbuja de filme está en contacto con la capa exterior de la burbuja). En la Tabla 3 se presentan los datos de COF generados mientras la capa exterior de la burbuja de filme se desplaza sobre una superficie metálica.

Tabla 1

	erucamida	Irgasurf	silice
Ejemplo 1 (Comparativo)	750	0	2500
Ejemplo 2	750	2500	2500
Ejemplo 3	750	5000	2500
Ejemplo 4	750	3000	2500

Ejemplo 5	500	1000	2500
Ejemplo 6	750	3000	2500
Ejemplo 7	500	1000	2500
Ejemplo 8 (Comparativo)	750	0	2500
Ejemplo 9	750	1000	0
Ejemplo 10 (Comparativo)	0	0	0

Tabla 2

Tiempo (horas)

COF dinámico	0,5	24	48	168	840
Ejemplo 1	0,197	0,283	0,288		0,189
Ejemplo 2	0,182	0,122	0,108	0,142	0,141
Ejemplo 3	0,2	0,199	0,192	0,211	0,385

COF estático	0,5	24	48	168	840
Ejemplo 1	0,439	0,314	0,316	0,989	0,27
Ejemplo 2	0,306	0,217	0,187	0,235	0,332
Ejemplo 3	0,373	0,329	0,264	0,337	0,313

5

Tabla 3

Tiempo (horas)

COF dinámico	0,5	24	48	168	840
Ejemplo 1		0,834	0,939	0,675	0,201
Ejemplo 2	0,437	0,319	0,543	0,391	0,099
Ejemplo 3	0,481	0,208	0,806	0,752	0,103

COF estático	0,5	24	48	168	840
Ejemplo 1	1,23	0,683	0,857	0,782	0,204
Ejemplo 2	0,269	0,227	0,388	0,43	0,046
Ejemplo 3	0,395	0,224	0,667	0,656	0,073

El filme con Irgasurf a 2500 ppm (Ejemplo 2) obtuvo el menor COF dinámico tanto para filme-filme como para filme-metal.

10

Se realizó un segundo conjunto de experimentos sobre filmes monocapa, que se preparó según se ha indicado más arriba, excepto que se utilizó un extrusor Covex de 45mm-28D. En la Tabla 4 se presentan los datos de COF de estos filmes generados mientras el filme está en contacto consigo mismo cuando se desplaza (es decir, la capa interior de la burbuja del filme está en contacto con la capa exterior de la burbuja). En la Tabla 5 se

presentan los datos de COF generados mientras la capa exterior de la burbuja del filme se desplaza sobre una superficie metálica.

Tabla 4

COF dinámico	Tiempo (horas)					7 semanas + 2 días
	0,5	24	48	168	792	1224
Ejemplo 4	0,038	0,103	0,094	0,136	0,461	0,434
Ejemplo 5	0,025	0,082	0,061	0,078	0,203	0,176
Ejemplo 6	0,028	0,061	0,073	0,157	0,254	0,36
Ejemplo 7	0,001	0,018	0,022	0,118	0,213	0,153
Ejemplo 8	0,087	0,02	0,085	0,023	0,05	0,049

COF estático	Tiempo (horas)					7 semanas + 2 días
	0,5	24	48	168	792	1224
Ejemplo 4	0,082	0,154	0,108	0,171	0,361	0,308
Ejemplo 5	0,063	0,131	0,074	0,112	0,283	0,251
Ejemplo 6	0,07	0,148	0,111	0,147	0,303	0,251
Ejemplo 7	0,029	0,05	0,056	0,156	0,314	0,249
Ejemplo 8	0,227	0,052	0,117	0,053	0,136	0,088

Tabla 5

COF dinámico	Tiempo (horas)					7 semanas + 2 días
	0,5	24	48	168	792	1224
Ejemplo 4	0,488	0,723	0,512	0,78	0,746	0,827
Ejemplo 5	0,901	0,546	0,327	0,722	0,728	0,694
Ejemplo 6	0,532	0,407	0,17	0,403	0,349	0,556
Ejemplo 7	0,231	0,302	0,383	0,245	0,207	0,717
Ejemplo 8	1,195	0,672	0,447	0,728	0,468	0,407

COF estático	Tiempo (horas)					7 semanas + 2 días
	0,5	24	48	168	792	1224
Ejemplo 4	0,43	0,435	0,185	0,487	0,706	0,692
Ejemplo 5	0,631	0,383	0,126	0,609	0,734	0,561
Ejemplo 6	0,11	0,316	0,073	0,157	0,271	0,649
Ejemplo 7	0,043	0,175	0,226	0,079	0,165	0,412
Ejemplo 8	0,882	0,538	0,687	0,539	0,411	0,275

5 Este segundo conjunto de filmes se probaron también con arreglo al mismo método de ensayo de ASTM 1894-06 utilizando un monitor de deslizamiento / coeficiente de fricción adquirido a Testing Machines, Inc. (TMI). En la Tabla 6 se presentan los datos de COF generados mientras el filme está en contacto consigo mismo cuando se desplaza (es decir, la capa interior de la burbuja de filme está en contacto con la capa exterior de la burbuja). En la Tabla 7 se presentan los datos de COF generados mientras la capa exterior de la burbuja de filme se desplazaba sobre una superficie metálica.

10

Tabla 6

Núm. muestra	Pasada	COF estático	COF dinámico
Ejemplo 9	COF excesivamente elevado. No pudo realizarse la prueba debido a la adherencia de los filmes.		
Ejemplo 6	1	0,162	0,137
Ejemplo 6	2	0,16	0,137
Ejemplo 6	3	0,164	0,132
Ejemplo 6	4	0,148	0,127
Ejemplo 6	5	0,16	0,134
Ejemplo 7	1	0,133	0,117
Ejemplo 7	2	0,129	0,112
Ejemplo 7	3	0,143	0,109
Ejemplo 7	4	0,129	0,107
Ejemplo 7	5	0,125	0,11
Ejemplo 8	1	0,125	0,106
Ejemplo 8	2	0,117	0,101
Ejemplo 8	3	0,113	0,1
Ejemplo 8	4	0,113	0,099
Ejemplo 8	5	0,115	0,1
Ejemplo 10	COF excesivamente elevado. No pudo realizarse la prueba debido a la adherencia de los filmes.		

Tabla 7

Núm. muestra	Pasada	COF estático	COF dinámico
Ejemplo 9	1	0,267	0,187
Ejemplo 9	2	0,277	0,203
Ejemplo 9	3	0,247	0,188
Ejemplo 9	4	0,253	0,189
Ejemplo 9	5	0,249	0,188
Ejemplo 9	6	0,253	0,205
Ejemplo 6	1	0,269	0,207
Ejemplo 6	2	0,303	0,247
Ejemplo 6	3	0,259	0,202
Ejemplo 6	4	0,241	0,184
Ejemplo 6	5	0,253	0,194
Ejemplo 6	6	0,293	0,248
Ejemplo 7	1	0,257	0,206
Ejemplo 7	2	0,236	0,192
Ejemplo 7	3	0,234	0,19
Ejemplo 7	4	0,208	0,17
Ejemplo 7	5	0,247	0,188
Ejemplo 7	6	0,23	0,184
Ejemplo 8	1	0,22	0,176
Ejemplo 8	2	0,224	0,181
Ejemplo 8	3	0,224	0,179
Ejemplo 8	4	0,249	0,206
Ejemplo 8	5	0,226	0,17
Ejemplo 8	6	0,247	0,203
Ejemplo 10	1	0,78	0,674
Ejemplo 10	2	0,717	0,547
Ejemplo 10	3	0,8	0,564
Ejemplo 10	4	0,724	0,619
Ejemplo 10	5	0,859	0,714
Ejemplo 10	6	0,808	0,644

De nuevo, la muestra con 1000 ppm de Irgasurf y 500 ppm (Ejemplo 7) de erucamida obtuvo los mismos resultados que la muestra con 50% más de erucamida, pero sin Irgasurf (Ejemplo 8)

Se realizaron pruebas adicionales en una serie de materiales fabricados con resina de LLDPE de alta densidad, utilizando catalizadores Ziegler-Natta. La resina base para los Ejemplos 11 y 13 fue un copolímero de etileno 1-octeno con una densidad de 0,919 y un índice de fusión (2,16 Kg 190°C) de 1,05 g/10 min. La resina base para los Ejemplos 12 y 14 era un copolímero de etileno 1-octeno con una densidad de 0,921 con el mismo índice de fusión (1,05 g/10 min). Las composiciones sometidas a prueba se presentan en la

Tabla 8. Los filmes se produjeron en la línea Covex monocapa (45 mm 25D). Volvió a medirse el COF en el equipo Instron siguiendo la norma ISO 8295:1995. En la Tabla 9 se presentan los datos de COF generados mientras el filme está en contacto consigo mismo al desplazarse (es decir, la capa interior de la burbuja de filme está en contacto con la capa exterior de la burbuja). En la Tabla 10 se presentan los datos de COF generados mientras la capa exterior de la burbuja de filme se desplaza sobre una superficie metálica.

Tabla 8

	Irgasurf	erucamida	CaCO ₃	Densidad (g/cm ³)	MI (2,16 Kg/190°C) (g/10min)
Ejemplo 11 (Comparativo)	0	0	0	0,919	1,05
Ejemplo 12 (Comparativo)	0	750	1538	0,921	1,05
Ejemplo 13	1000	350	937	0,919	1,05
Ejemplo 14	1000	750	1875	0,921	1,05

Tabla 9

	Tiempo (horas)				
COF dinámico	0,5	24	48	168	792
Ejemplo 11	1,002	0,849	0,653	0,461	0,57
Ejemplo 12	0,141	0,056	0,055	0,064	0,031
Ejemplo 13	0,348	0,159	0,12	0,144	0,11
Ejemplo 14	0,149	0,075	0,08	0,083	0,039

	Tiempo (horas)				
COF estático	0,5	24	48	168	792
Ejemplo 11	0,884	0,941	0,73	0,453	0,781
Ejemplo 12	0,149	0,091	0,097	0,098	0,098
Ejemplo 13	0,37	0,194	0,167	0,184	0,177
Ejemplo 14	0,165	0,113	0,123	0,13	0,09

Tabla 10

	Tiempo (horas)				
COF dinámico	0,5	24	48	168	792
Ejemplo 11					
Ejemplo 12	0,421	0,287	0,351	0,392	0,306
Ejemplo 13	0,396	0,283	0,301	0,445	0,656
Ejemplo 14	0,353	0,182	0,217	0,297	0,272

	Tiempo (horas)				
COF estático	0,5	24	48	168	792
Ejemplo 11				0,733	
Ejemplo 12	0,417	0,352	0,379	0,364	0,313
Ejemplo 13	0,409	0,379	0,358	0,441	0,564
Ejemplo 14	0,404	0,284	0,293	0,339	0,369

En esta serie, la muestra con Irgasurf a 1000 ppm y sólo 350 ppm de erucamida (es decir, Ejemplo 13) presentó un COF superior al del ejemplo comparativo 12, demostrando el efecto que la densidad de la resina base tiene sobre el COF. Obsérvese de la comparación de los Ejemplos 13 y 14 que con el Irgasurf, incluso el filme con la mitad del nivel de erucamida siguió ofreciendo valores de COF inferiores a 0,2 para el COF de filme-filme.

Asimismo, se realizó un estudio de la óptica del Ejemplo comparativo 12 y el Ejemplo 14, que se presenta en la Tabla 11. El brillo se midió a 45° con arreglo a ASTM D2457-y se midió la claridad óptica total con arreglo a ISO 14782. Las muestras tenían un espesor de 50 micrones. El Ejemplo 14 tenía un brillo superior y una claridad óptica total inferior a la del Ejemplo 12, a pesar de los niveles similares de erucamida y ligeramente superiores de CaCO₃.

Tabla 11

	Brillo	Claridad óptica
Ejemplo comparativo 12	54,68	14,4
Ejemplo 14	59,66	11,7

15

SE REIVINDICA:

1. Un método para mejorar la eficacia de un aditivo polar para su uso con poliolefinas que comprende la incorporación de un volumen efectivo de al menos un compuesto de co-aditivo con la fórmula $R_1(OCH_2CH_2)_xOH$ a la poliolefina antes de formar el filme, donde R_1 es una cadena lineal o ramificada alquil con un número de átomos de carbono de entre 20 y 60, y x varía entre 2 y 100.
2. El método de la reivindicación 1 donde el aditivo polar es un agente antifricción.
3. El método de la reivindicación 2 donde se añaden dos o más agentes antifricción.
4. El método de la reivindicación 2 donde el agente antifricción es una amida grasa.
5. El método de la reivindicación 4 donde la amida grasa es erucamida.
6. El método de la reivindicación 2 donde el agente antifricción se añade en una cantidad de 1000 ppm o inferior.
7. El método de la reivindicación 6 donde el agente antifricción se añade en una cantidad de 500 ppm o inferior.
8. El método de la reivindicación 1 donde el compuesto de co-aditivo se añade en una cantidad de 200 ppm a 1500 ppm.
9. El método de la reivindicación 1 donde el co-aditivo es Irgasurf™ HL 560.
10. El método de la reivindicación 1 que comprende además la incorporación de un agente antibloqueo.
11. El método de la reivindicación 10 donde el agente antibloqueo es sílice.
12. El método de la reivindicación 11 donde el sílice se añade en una cantidad inferior a 3000 ppm aproximadamente.
13. Una composición de aditivo que comprende un agente polar de deslizamiento y un compuesto con la fórmula $R_1(OCH_2CH_2)_xOH$ a la poliolefina antes de formar el filme, donde R_1 es una cadena lineal o ramificada alquil con un número de átomos de carbono de 20 a 60, y x varía entre 2 y 100.

14. Una capa de filme caracterizada por la combinación de brillo superior a aproximadamente 50 junto con una claridad óptica inferior a aproximadamente el 14% y un coeficiente de fricción dinámico filme a filme inferior a 0,3.
- 5 15. La capa de filme de la reivindicación 14 donde el coeficiente de fricción dinámico filme a filme es inferior a 0,2.
- 10 16. La capa de filme de la reivindicación 14 donde la capa de filme se caracteriza asimismo por la presencia de al menos un compuesto con la fórmula $R_1(OCH_2CH_2)_xOH$ junto a la poliolefina antes de formar el filme, donde R_1 es una cadena lineal o ramificada alquil de 20 a 60 átomos de carbono y x varía entre 2 y 100, en una cantidad efectiva para permitir utilizar menos de 3000 ppm de un agente antibloqueo de sílice.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/ES2007/070165

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C08K5/06 C08K5/20 C08K5/36 C08L23/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C08K C08L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 526 117 A (BP CHEM INT LTD [GB]). 3 February 1993 (1993-02-03) * Claim 1 * * Examples * * Page 2 lines 10-12 * -----	1-16
A	US 5 001 015 A (HAVENS MARVIN R [US]) 19 March 1991 (1991-03-19) * Examples *	1-16
X	WO 02/42530 A (CIBA SC HOLDING AG [CH]) 30 May 2002 (2002-05-30) *Example 3 * -----	1

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

16 June 2008

Date of mailing of the international search report

23/06/2008

Name and mailing address of the ISA/
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Marquis, Damien

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/ES2007/070165

Patent document cited in search report	A	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0526117	A	03-02-1993	AT 282663 T	15-12-2004
			CZ 9202384 A3	17-02-1993
			DE 69233446 D1	23-12-2004
			DE 69233446 T2	07-04-2005
			HU 61793 A2	01-03-1993
			PL 295481 A1	22-02-1993

US 5001015	A	19-03-1991	NONE	

WO 0242530	A	30-05-2002	AT 317921 T	15-03-2006
			AU 2184702 A	03-06-2002
			BR 0115519 A	16-09-2003
			CA 2429380 A1	30-05-2002
			CN 1476494 A	18-02-2004
			CZ 20031734 A3	15-10-2003
			DE 60117300 T2	09-11-2006
			DK 1339899 T3	01-05-2006
			EP 1339899 A1	03-09-2003
			ES 2257468 T3	01-08-2006
			HU 0400656 A2	28-09-2004
			JP 2004523666 T	05-08-2004
			MX PA03004515 A	10-09-2003
			NO 20032275 A	18-07-2003
			PL 361668 A1	04-10-2004
			PT 1339899 T	30-06-2006
			RU 2280111 C2	20-07-2006
			SK 7832003 A3	04-11-2003
TW 546427 B	11-08-2003			

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional nº
PCT/ES2007/070165

A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

INV. C08K5/06 C08K5/20 C08K5/36 C08L23/02

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y la CIP.

B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C08K C08L

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones nº
X	EP 0 526 117 A (BP CHEM INT LTD [GB]). 3 Febrero 1993 (1993-02-03) * Revindicacion * * Ejemplo * * Pagina 2 linea 10-12 * -----	1-16
A	US 5 001 015 A (HAVENS MARVIN R [US]) 19 Marzo 1991 (1991-03-19) * Ejemplo *	1-16
X	WO 02/42530 A (CIBA SC HOLDING AG [CH]) 30 May 2002 (2002-05-30) * Ejemplo 3 * -----	1

En la continuación del recuadro C se relacionan otros documentos Los documentos de familias de patentes se indican en el anexo

* Categorías especiales de documentos citados:	"T"	documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.
"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.		
"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.		
"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).	"X"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.
"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.	"Y"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.
"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.	"&"	documento que forma parte de la misma familia de patentes.

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional. **16 June 2008**

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional **23/06/2008**

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional
 European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Nº de fax

Funcionario autorizado
Marquis, Damien

Nº de teléfono

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Información relativa a miembros de familias de patentes

Solicitud internacional nº

PCT/ES2007/070165

Documento de patente citado en el informe de búsqueda		Fecha de publicación	Miembro(s) de la familia de patentes	Fecha de publicación
EP 0526117	A	03-02-1993	AT 282663 T	15-12-2004
			CZ 9202384 A3	17-02-1993
			DE 69233446 D1	23-12-2004
			DE 69233446 T2	07-04-2005
			HU 61793 A2	01-03-1993
			PL 295481 A1	22-02-1993

US 5001015	A	19-03-1991	NINGUNO	

WO 0242530	A	30-05-2002	AT 317921 T	15-03-2006
			AU 2184702 A	03-06-2002
			BR 0115519 A	16-09-2003
			CA 2429380 A1	30-05-2002
			CN 1476494 A	18-02-2004
			CZ 20031734 A3	15-10-2003
			DE 60117300 T2	09-11-2006
			DK 1339899 T3	01-05-2006
			EP 1339899 A1	03-09-2003
			ES 2257468 T3	01-08-2006
			HU 0400656 A2	28-09-2004
			JP 2004523666 T	05-08-2004
			MX PA03004515 A	10-09-2003
			NO 20032275 A	18-07-2003
			PL 361668 A1	04-10-2004
			PT 1339899 T	30-06-2006
			RU 2280111 C2	20-07-2006
SK 7832003 A3	04-11-2003			
TW 546427 B	11-08-2003			
