

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 945 904**

51 Int. Cl.:

C08L 23/06 (2006.01)

C08L 23/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.04.2015 PCT/EP2015/059541**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.11.2015 WO15169690**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.04.2015 E 15718938 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.04.2023 EP 3140348**

54 Título: **Mezclas de polipropileno - polietileno con propiedades mejoradas**

30 Prioridad:

07.05.2014 EP 14167409

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

10.07.2023

73 Titular/es:

BOREALIS AG (100.0%)

Trabrennstrasse 6-8

1020 Vienna, AT

72 Inventor/es:

KAHLEN, SUSANNE;

GAHLEITNER, MARKUS;

EK, CARL-GUSTAF;

KULSHRESHTHA, BHAWNA;

REICHEL, NORBERT y

BAUMGÄRTEL, GERNOT

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 945 904 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

Mezclas de polipropileno - polietileno con propiedades mejoradas

5 La presente invención se refiere a mezclas de polipropileno y polietileno, que contienen un tipo específico de compatibilizador. Debido a la adición del compatibilizador específico, se consigue un aumento simultáneo de la rigidez, así como de la resistencia al impacto y la resistencia a la deflexión térmica. Además, la presente invención se refiere a mezclas recicladas de polipropileno y polietileno, que contienen el tipo específico de compatibilizador.

10 Las poliolefinas, como el polipropileno y el polietileno son polímeros comerciales típicos con muchas áreas de aplicación y una tasa de crecimiento notable. La razón no es solo una relación precio/rendimiento favorable, sino también la versatilidad de estos materiales y un amplísimo abanico de posibles modificaciones, lo que permite adaptar las propiedades de uso final en una amplia gama.

15 Las modificaciones químicas, copolimerización, combinación, estiramiento, tratamiento térmico y la combinación de estas técnicas pueden convertir poliolefinas de calidad común en productos valiosos con propiedades especiales.

20 Las mezclas de polipropileno y polietileno han suscitado mucho interés. Es bien conocido que la resistencia al impacto del polipropileno (PP) aumenta a bajas temperaturas mediante la adición de polietileno (PE). Desafortunadamente, El PP y el PE son altamente inmiscibles lo que da como resultado una mezcla con poca adhesión entre sus fases, morfología gruesa y, por consiguiente, malas propiedades mecánicas. La compatibilidad entre las fases de una mezcla se puede mejorar mediante la adición de compatibilizadores, lo que da como resultado una morfología más fina y estable, mejor adhesión entre las fases de las mezclas y, por consiguiente, mejores propiedades del producto final.

25 En la bibliografía son conocidos varios tipos de compatibilizadores, como los copolímeros de bloques, p.ej. un copolímero de bloques de etileno-propileno y copolímeros de estireno-etileno/butileno-estireno o tribloque, o caucho de etileno-propileno (EPR), un copolímero de etileno/propileno y dieno (EPDM) o un copolímero de etileno/acetato de vinilo (EVA).

30 De acuerdo con Wei Zhu *et al.*; *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 58, págs. 515-521 (1995) la adición de un copolímero de etileno-propileno como compatibilizador a mezclas de polipropileno y polietileno puede solucionar la situación de alta incompatibilidad hasta cierto punto, y el caucho de etileno-propileno (EPR) o el caucho de etileno-propileno-dieno (EPDM) pueden mejorar sustancialmente la tenacidad de las mezclas, pero a expensas de un deterioro de los módulos y la resistencia a la tracción. Como mejora, los autores de este artículo sugieren usar un copolímero de PP-bloque-PE preparado mediante polimerización secuencial, mediante lo cual primero se polimeriza el propileno y después se polimeriza el etileno en la segunda etapa. El uso de este compatibilizador lleva a un pequeño aumento del alargamiento a la rotura y de la resistencia a la tracción. Dado que el compatibilizador descrito tiene un peso molecular muy alto, expresado por su viscosidad intrínseca, su adición lleva además a una reducción significativa de la procesabilidad, expresada por el índice de fluidez (MFR).

40 También de acuerdo con Teh *et al.*, *Adv. Polym. Technol.* vol. 13, págs. 1-23 (1994) la adición de caucho de etileno-propileno (EPR) se puede usar para compatibilizar mezclas de polipropileno y polietileno, lo que da como resultado una tenacidad mejorada pero menores módulos y resistencia al calor.

45 Mientras que los compatibilizadores descritos por Zhu *et al.* no están disponibles en el mercado, es comúnmente conocido que tanto el EPR como el EPDM son más caros que los respectivos componentes de mezcla, el PP y el PE, debido a un proceso de producción más complejo.

50 Para varias aplicaciones, como tuberías, perfiles, envases, componentes de automoción o artículos para el hogar, es de gran importancia que las mezclas de PP/PE muestren una alta rigidez, así como una resistencia al impacto y una temperatura de deflexión térmica elevadas.

55 Por lo tanto, un objetivo de la presente invención era que estas tres propiedades de las mezclas de PP/PE se deben incrementar simultáneamente. Este objetivo no se ha abordado aún hasta ahora en la bibliografía.

Además, la demanda de uso de poliolefinas recicladas, procedentes de la recuperación de residuos de material plástico derivados de residuos posconsumo y/o posindustriales, en un compuesto con polímero virgen ha aumentado en los últimos años, sobre todo porque existen requisitos legales en algunos segmentos como las aplicaciones de automoción.

60 Uno de los problemas clave en el reciclaje de poliolefinas, especialmente cuando se trata de corrientes de material de residuos posconsumo (PCW), es la dificultad de separar cuantitativamente el polipropileno (PP) y el polietileno (PE). Se ha descubierto que los reciclados comerciales procedentes de fuentes de PCW contienen por lo general mezclas de PP y PE, alcanzando el componente menor hasta < 50 % en peso.

65 Tales mezclas de PP/PE recicladas normalmente presentan propiedades mecánicas y ópticas deterioradas, tienen un

5 bajo rendimiento en olor y sabor y generalmente presenten mala compatibilidad entre las principales fases del polímero, lo que da como resultado una resistencia al impacto y una resistencia a la deflexión térmica limitadas. Este rendimiento inferior se debe en parte a que el PE con su menor rigidez y punto de fusión forma la fase continua incluso a concentraciones de PP de hasta el 65 % debido a la viscosidad normalmente más alta de los componentes de PE en los PCW.

Esto normalmente excluye la aplicación para piezas de alta calidad, y solo permite el uso en aplicaciones de bajo costo y poca exigencia.

10 Por lo tanto, otro objetivo de la presente invención era aumentar simultáneamente la rigidez, así como la resistencia al impacto y la resistencia a la deflexión térmica de mezclas de PP/PE recicladas, con el fin de hacerlas adecuadas para su uso en un compuesto con un polímero virgen, p.ej. para aplicaciones de automoción.

15 El hallazgo de la presente invención es que con un tipo especial de compatibilizador, que es una composición de poliolefina heterofásica que comprende una combinación de un polipropileno y un copolímero de etileno y propileno o una alfa olefina C₄ a C₁₀, con propiedades específicas, se puede conseguir un aumento simultáneo de la rigidez, así como de la resistencia al impacto y la resistencia a la deflexión térmica de mezclas de PP/PE vírgenes y recicladas.

20 Por lo tanto, la presente invención se refiere a mezclas de polipropileno-polietileno que comprenden el Componente A), del 75 al 90 % en peso de una mezcla de A-1), del 30 al 70 % en peso de polipropileno, y A-2), del 70 al 30 % en peso de polietileno, mediante lo cual el componente (A) no es un polímero heterofásico; y el Componente B), del 10 al 25 % en peso de un compatibilizador que es una composición de poliolefina heterofásica que comprende B-1), del 55 al 90 % en peso de un polipropileno con un MFR2 entre 1,0 y 300 g/10 min (de acuerdo con la norma ISO 1133 a 230 °C con una carga de 2,16 kg), y B-2), del 45 al 10 % en peso de un copolímero de etileno y propileno o una alfa olefina C₄ a C₁₀ con una temperatura de transición vítrea T_g (medida con análisis térmico mecánico dinámico, DMTA, de acuerdo con la norma ISO 6721-7) inferior a -45 °C y una viscosidad intrínseca (medida en decalina de acuerdo con la norma DIN ISO 1628/1 a 135 °C) de al menos 3,3 dl/g, mediante lo cual la mezcla tiene (i) un resistencia al impacto con entalla Charpy (de acuerdo con la norma ISO 179-1eA, medida a 23 °C) al menos un 2 % superior a la de la misma mezcla sin el compatibilizador B) y, al mismo tiempo, (ii) un módulo de flexión (de acuerdo con la norma ISO 178) al menos un 3 % superior al de la misma mezcla sin el compatibilizador B) y, adicionalmente, (iii) una resistencia a la deflexión térmica (determinada con DMTA de acuerdo con la norma ISO 6721-7) expresada por la temperatura a la que se alcanza el módulo de almacenamiento G' de 40 MPa (T(G' = 40 MPa) que es al menos 4 °C superior a la de la misma mezcla sin el compatibilizador B).

35 En una realización preferida, el Componente A) es un material reciclado, que se recupera de residuos de material plástico derivados de residuos posconsumo y/o posindustriales.

40 Una realización adicional de una composición de poliolefina heterofásica que comprende B-1), del 55 al 90 % en peso de un polipropileno con un MFR2 entre 1,0 y 300 g/10 min (de acuerdo con la norma ISO 1133 a 230 °C con una carga de 2,16 kg) y B -2), del 45 al 10 % en peso de un copolímero de etileno y propileno o una alfa olefina C₄ a C₁₀ con una T_g (medida con análisis térmico mecánico dinámico, DMTA, de acuerdo con la norma ISO 6721-7) inferior a -45 °C y una viscosidad intrínseca (medida en decalina de acuerdo con la norma DIN ISO 1628/1 a 135 °C) de al menos 3,3 dl/g, como compatibilizador para mezclas de polipropileno-polietileno que comprenden el componente A), mediante lo cual el componente (A) no es un polímero heterofásico, y mediante lo cual el componente (A) está presente en una cantidad del 75 al 90 % en peso con respecto a la mezcla resultante de polipropileno- polietileno, mediante lo cual el componente A) es una mezcla de A-1), del 30 al 70 % en peso de polipropileno, y A-2), del 70 al 30 % en peso de polietileno; y en donde además la composición de poliolefina heterofásica se usa en una cantidad del 10 al 25 % en peso con respecto a la mezcla de polipropileno-polietileno resultante para aumentar simultáneamente la resistencia al impacto con entalla Charpy (de acuerdo con la norma ISO 179-1eA, medida a 23 °C), el módulo de flexión (de acuerdo con la norma ISO 178) así como la resistencia a la deflexión térmica (determinada con DMTA de acuerdo con la norma ISO 6721-7), mediante lo cual la resistencia al impacto con entalla Charpy (de acuerdo con la norma ISO 179-1eA, medida a 23 °C) de la mezcla que comprende el componente A) y el componente B) es al menos un 2 % superior a la resistencia al impacto con entalla Charpy (de acuerdo con la norma ISO 179-1eA, medida a 23 °C) de la misma mezcla A) sin el compatibilizador B) y mediante lo cual el módulo de flexión (de acuerdo con la norma ISO 178, medido a 23 °C) de la mezcla que comprende el componente A) y el componente B) es al menos un 3 % superior al de la misma mezcla A) sin el compatibilizador B) y mediante lo cual la temperatura de deflexión térmica (HDT, de acuerdo con la norma ISO 75 B) de la mezcla que comprende el componente A) y el componente B)) es al menos 4 °C superior, a la de la misma mezcla A) sin el compatibilizador B).

60 Otra realización adicional es el uso de una mezcla, donde el Componente A) es un material reciclado, que se recupera de residuos de material plástico procedentes de residuos posconsumo y/o posindustriales, en un compuesto con uno o más polímeros vírgenes y, opcionalmente, cargas minerales o fibras de refuerzo. Estos compuestos se pueden usar, por ejemplo, de manera ventajosa para aplicaciones de automoción.

Componente A)

El componente A) de la mezcla de la invención comprende

A-1) del 30 al 70 % en peso de polipropileno y

A-2) del 70 al 30 % en peso de polietileno, mediante lo cual el componente (A) no es un polímero heterofásico.

5

El polipropileno de A-1 puede comprender uno o más materiales poliméricos seleccionados entre los siguientes:

I) homopolímeros de propileno isotácticos o principalmente isotácticos;

10

II) copolímeros aleatorios isotácticos de propileno con etileno y/o alfa-olefinas C4-C10, preferentemente etileno y/o alfa-olefinas C4-C8, tales como, por ejemplo 1-buteno, 1-hexeno, 1-octeno, 4-metil-1-penteno, en donde el contenido total de comonómeros varía del 0,05 al 20 % en peso, o mezclas de dichos copolímeros con homopolímeros de propileno isotácticos o principalmente isotácticos;

15

III) copolímeros heterofásicos que comprenden un homopolímero de propileno isotáctico como (I), o copolímeros aleatorios de propileno como (II), y una fracción elastomérica que comprende copolímeros de etileno con propileno y/o una α -olefina C4-C8, que contiene opcionalmente cantidades pequeñas de un dieno, tales como butadieno, 1,4-hexadieno, 1,5-hexadieno, etiliden-1-norborneno.

20

Por ejemplo, un polipropileno adecuado para su uso como componente A-1) puede tener una densidad de 0,895 a 0,920 g/cm³, preferentemente de 0,900 a 0,915 g/cm³, y más preferentemente de 0,905 a 0,915 g/cm³ determinado de acuerdo con la norma ISO 1183, y un índice de fluidez (MFR) de 0,5 a 300 g/10 min, preferentemente de 1,0 a 150 g/10 min y, como alternativa, de 1,5 a 50 g/10 min determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 (a 230 °C; 2,16 kg de carga). Por lo general, la temperatura de fusión del componente A-1) está dentro del intervalo de 135 a 170 °C, preferentemente en el intervalo de 140 a 168 °C, más preferentemente en el intervalo de 142 a 166 °C. En caso de que sea un homopolímero de propileno como el punto (I) anterior, generalmente tendrá una temperatura de fusión de 150 a 170 °C, preferentemente de 155 a 168 °C, y más preferentemente de 160 a 165 °C determinada por calorimetría diferencial de barrido (DSC) de acuerdo con la norma ISO 11357-3. En caso de que sea un copolímero de propileno aleatorio como el punto (II) anterior, generalmente tendrá una temperatura de fusión de 130 a 162 °C, preferentemente de 135 a 160 °C, y más preferentemente de 140 a 158 °C determinado por DSC de acuerdo con la norma ISO 11357-3.

30

Preferentemente, el polipropileno de A-1) no comprende un copolímero heterofásico como el punto (III) anterior.

35

El polietileno de A-2) es preferentemente un polietileno de alta densidad (HDPE) o un polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) o un polietileno de baja densidad (LDPE) ramificado de cadena larga.

El contenido de comonómeros de A-2 es normalmente inferior al 50 % en peso, preferentemente inferior al 25 % en peso, y lo más preferentemente inferior al 15 % en peso.

40

En el presente documento, un HDPE adecuado para su uso como A-2) en esta divulgación tiene una densidad determinada de acuerdo con la norma ISO 1183 igual o superior a 0,941 g/m³, preferentemente de 0,941 a 0,965 g/cm³, más preferentemente de 0,945 a 0,960 g/cm³. En una realización, el HDPE es un homopolímero de etileno. Un HDPE adecuado para su uso como A-2) en esta divulgación puede tener generalmente un MFR determinado mediante la norma ISO 1133 (a 190 °C; 2,16 kg de carga), de 0,01 g/10 min a 50 g/10 min, preferentemente de 0,1 a 30 g/10 min, como de 0,5 a 20 g/10 min.

45

El HDPE también puede ser un copolímero, por ejemplo, un copolímero de etileno con uno o más monómeros de alfa-olefina tales como propileno, buteno, hexeno, etc.

50

Un LLDPE adecuado para su uso como A-2) en esta divulgación puede tener generalmente una densidad determinada mediante la norma ISO 1183, o de 0,900 a 0,920 g/cm³, o de 0,905 a 0,918 g/cm³, o de 0,910 a 0,918 g/m³ y un MFR determinado mediante la norma ISO 1133 (a 190 °C; 2,16 kg de carga), de 0,01 a 50 g/min, o de 0,1 a 30 g/10 min, como de 0,5 a 20 g/10 min. El LLDPE es un copolímero, por ejemplo, un copolímero de etileno con uno o más monómeros de alfa-olefina tales como propileno, buteno, hexeno, etc.

55

Un LDPE adecuado para su uso como A-2) en esta divulgación puede tener generalmente una densidad determinada mediante la norma ISO 1183, de 0,915 a 0,935 g/m³, y un MFR determinado mediante la norma ISO 1133 (190 °C; 2,16 kg), de 0,01 a 20 g/min. El LDPE es un homopolímero de etileno.

60

La temperatura de fusión del componente A-2) está preferentemente dentro del intervalo de 100 a 135 °C, más preferentemente en el intervalo de 105 al 132 °C.

En una realización preferida, el Componente A) es un material reciclado, que se recupera de residuos de material plástico derivados de residuos posconsumo y/o posindustriales.

65

Dichos residuos posconsumo y/o posindustriales pueden proceder, entre otros, de residuos de equipos eléctricos y electrónicos (RAEE) o vehículos al final de su vida útil (VFU), o de sistemas diferenciados de recogida de residuos

como el sistema DSD alemán, el sistema ARA austriaco o el sistema "Raccolta Differenziata" italiano.

Las mezclas pueden ser materiales ricos en PP o ricos en PE o mezclas con cantidades aproximadamente equivalentes de PP y PE.

5 El término "residuo" se usa para designar materiales poliméricos procedentes de al menos un ciclo de transformación en artículos manufacturados, a diferencia de los polímeros vírgenes. Tal como se ha mencionado anteriormente, pueden estar presentes todos los tipos de polietileno, preferentemente HDPE, LLDPE o LDPE, o polipropileno.

10 Dichos reciclados son comercializados, por ejemplo, por Corepla (Consortio italiano para la recogida, recuperación, y reciclaje de residuos plásticos de envases), Resource Plastics Corp. (Brampton, ON), Kruschitz GmbH, Plastics and Recycling (AT), Vogt Plastik GmbH (DE), etc.

15 Las cantidades de componente A-1 y componente A-2 pueden ser del 30 al 70 % en peso del componente A-1 de PP y del 70 al 30 % en peso del componente A-2 de PE, preferentemente del 40 al 60 % en peso del componente A-1 de PP y del 60 al 40 % en peso del componente A-2 de PE.

20 El componente A) de la mezcla de la invención tiene preferentemente un MFR (230 °C, 2,16 kg, ISO 1133) de 0,5 a 150 g/10 min, más preferentemente de 1 a 120 g/10 min.

El componente (A) no es un polímero heterofásico.

Componente B)

25 El componente B) de la mezcla de acuerdo con la invención es una composición de poliolefina heterofásica que comprende

30 B-1) del 55 al 90 % en peso de un polipropileno con un MFR₂ (ISO 1133; 230 °C; 2,16 kg) entre 1,0 y 300 g/10min, y
B-2) del 45 al 10 % en peso de un copolímero de etileno y propileno o una alfa olefina C₄ a C₁₀ con una Tg (medida con DMTA de acuerdo con la norma ISO 6721-7) inferior a -45 °C y una viscosidad intrínseca (medida en decalina de acuerdo con la norma DIN ISO 1628/1 a 135 °C) de al menos 3,3 dl/g.

35 Las composiciones de poliolefina heterofásica se caracterizan generalmente por una fracción soluble en xileno frío (XCS) y una fracción insoluble en xileno frío (XCI).

Para los fines de la presente solicitud, la fracción soluble en xileno frío (XCS) de las composiciones de poliolefina heterofásica es esencialmente idéntica al Componente B-2) de dichas composiciones de poliolefina heterofásica.

40 Por consiguiente, cuando se habla de la viscosidad intrínseca y del contenido de etileno de B-2) de las composiciones de poliolefina heterofásica, se entiende la viscosidad intrínseca y el contenido de etileno de la fracción soluble en xileno frío (XCS) de dichas composiciones de poliolefina heterofásica.

45 Los polipropilenos adecuados para su uso como Componente B-1) pueden incluir cualquier tipo de homopolímero de polipropileno isotáctico o predominantemente isotáctico o de copolímero aleatorio conocido en la técnica. Así, el polipropileno puede ser un homopolímero de propileno o un copolímero aleatorio isotáctico de propileno con etileno y/o alfa-olefinas C₄ a C₈, tales como, por ejemplo 1-buteno, 1-hexeno o 1-octeno, en donde el contenido total de comonomeros varía del 0,05 al 10 % en peso.

50 Un polipropileno adecuado para su uso como componente B-1) puede tener una densidad de 0,895 a 0,920 g/cm³, preferentemente de 0,900 a 0,915 g/m³, y más preferentemente de 0,905 a 0,915 g/m³ determinada de acuerdo con la norma ISO 1183.

55 Por lo general, el componente B-1) tiene una temperatura de fusión de 130 a 170 °C, más preferentemente de 135 a 168 °C y lo más preferentemente de 140 a 165 °C.

60 En caso de que sea un homopolímero de propileno, tendrá una temperatura de fusión de 150 a 170 °C, preferentemente de 155 a 168 °C, como de 160 a 165 °C, determinada por calorimetría diferencial de barrido (DSC) de acuerdo con la norma ISO 11357-3. En caso de que sea un copolímero aleatorio de propileno con etileno y/o alfa-olefinas C₄ a C₈, tendrá una temperatura de fusión de 130 a 162 °C, preferentemente de 135 a 160 °C, como de 140 a 158 °C determinada por DSC de acuerdo con la norma ISO 11357-3.

65 El índice de fluidez del componente B-1) varía de 1,0 a 300 g/10 min, preferentemente de 2,0 a 200 g/10 min y, más preferentemente, de 4,0 a 150,0 g/10 min, p.ej. de 4,5 a 150,0 g/10 min, determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 (230 °C; 2,16 kg). En una realización, el índice de fluidez del componente B-1) varía de 4,0 a 75 g/10 min determinado de acuerdo con la norma ISO 1133 (230 °C; 2,16 kg).

ES 2 945 904 T3

Como Componente B-2) se usa un copolímero de etileno y propileno o una alfa olefina C₄ a C₁₀. La alfa olefina es preferentemente buteno, hexeno u octeno, más preferentemente buteno u octeno y lo más preferentemente octeno.

5 Los copolímeros de B-2) tienen una temperatura de transición vítrea T_g (medida con DMTA de acuerdo con la norma ISO 6721-7) de -45 °C y una viscosidad intrínseca (medida en decalina de acuerdo con la norma DIN ISO 1628/1 a 135 °C) de 3,3 dl/g.

10 La temperatura de transición vítrea T_g (medida con DMTA de acuerdo con la norma ISO 6721-7) de los copolímeros de B-2) es normalmente de -65 °C o superior, preferentemente de -60 °C o superior y lo más preferentemente de -58 °C o superior.

15 La viscosidad intrínseca (medida en decalina de acuerdo con la norma DIN ISO 1628/1 a 135 °C) de los copolímeros de B-2) es normalmente de 10,0 o inferior, más preferentemente de 9,0 o inferior y lo más preferentemente de 8,5 o inferior.

20 En caso de que el copolímero de B-2) sea un copolímero de etileno y propileno, este tiene un contenido de etileno del 10 al 55 % en peso, preferentemente del 15 al 50 % en peso, más preferentemente del 18 al 48 % en peso, y lo más preferentemente del 20 al 46 % en peso.

En caso de que el copolímero de B-2) sea un copolímero de etileno y una alfa olefina C₄ - C₁₀, tiene un contenido de etileno del 60 al 95 % en peso, preferentemente del 65 al 90 % en peso y más preferentemente del 70 al 85 % en peso.

25 El componente B-2 es diferente del componente A-2). Normalmente, el componente B-2) se diferencia de A-2) en cuanto a su contenido de comonomeros determinado como porcentaje en peso. Preferentemente, el contenido de comonomeros de A-2) es inferior en comparación con el contenido de comonomeros de B-2), más preferentemente el contenido de comonomeros de A-2) es al menos 2 puntos porcentuales inferior en comparación con el contenido de comonomeros de B-2) y lo más preferentemente el contenido de comonomeros de A-2) es al menos 5 puntos porcentuales inferior en comparación con el contenido de comonomeros de B-2).

35 En la composición de poliolefina heterofásica adecuada como componente B), B-1) está presente en una cantidad del 55 al 90 % en peso, preferentemente en una cantidad del 60 al 88 % en peso y más preferentemente en una cantidad del 65 al 85 % en peso y lo más preferentemente en una cantidad del 65 al 80 % en peso, y B-2) está presente en una cantidad del 10 al 45 % en peso, más preferentemente en una cantidad del 12 al 40 % en peso, más preferentemente en una cantidad del 15 al 40 % en peso, aún más preferentemente en una cantidad del 15 al 35 % en peso y lo más preferentemente en una cantidad del 20 al 35 % en peso.

40 El componente B) preferentemente tiene un contenido de homopolímeros de etileno no superior al 10 % en peso, más preferentemente no superior al 5 % en peso, y lo más preferentemente el componente B) carece de homopolímeros de etileno.

45 La composición de poliolefina heterofásica adecuada como componente B) se puede preparar mediante mezcla mecánica del componente B-1) y el componente B-2).

50 Los homopolímeros o copolímeros de polipropileno adecuados como componente B-1) para la mezcla mecánica son comercializados, entre otros, por Borealis AG o se pueden preparar mediante procesos conocidos, como en un proceso de polimerización de una fase o dos fases que comprende un reactor de bucle o un reactor de bucle con un reactor de fase gaseosa posterior, en presencia de catalizadores de Ziegler-Natta altamente estereoespecíficos o catalizadores de sitio único como catalizadores de metalloceno, conocidos por los expertos en la materia.

55 Los copolímeros adecuados como componente B-2) para la mezcla mecánica pueden ser cualquier copolímero de etileno y propileno o etileno y una alfa olefina C₄ a C₁₀ con las propiedades definidas anteriormente, que pueden estar comercializados, entre otros, por Borealis Plastomers (NL) con el nombre comercial Queo[®], por DOW Chemical Corp (EE. UU.) con el nombre comercial Engage[®], o por ENI SpA (IT).

60 Como alternativa, estos copolímeros se pueden preparar mediante procesos conocidos, en un proceso de polimerización de una fase o dos fases, que comprende la polimerización en solución, la polimerización en suspensión, la polimerización en fase gaseosa o combinaciones de estas, en presencia de catalizadores de Ziegler-Natta altamente estereoespecíficos, catalizadores de óxido de vanadio adecuados o catalizadores de sitio único como metalloceno o catalizadores de geometría restringida, conocidos por los expertos en la materia.

65 En otra realización, la composición de poliolefina heterofásica adecuada como componente B) se puede preparar mediante polimerización secuencial, que comprende al menos dos reactores en donde en primer lugar se produce el polipropileno B-1) y en segundo lugar el copolímero B-2) en presencia del polipropileno B-1).

Un proceso de polimerización secuencial preferido comprende al menos un reactor de bucle y al menos un reactor de fase gaseosa posterior. Tal proceso puede tener hasta 3 reactores de fase gaseosa.

5 El polímero de polipropileno B-1) se produce en primer lugar, es decir, en el reactor de bucle, y posteriormente se transfiere al al menos un reactor de fase gaseosa, donde tiene lugar la polimerización del etileno, el propileno o una alfa olefina C₄ a C₁₀ o mezclas a partir de estos en presencia del polímero de polipropileno B-1). Es posible que el polímero así producido se transfiera a un segundo reactor de fase gaseosa.

10 Otra posibilidad es que el polímero de polipropileno B-1) se produzca en el reactor de bucle y en el primer reactor de fase gaseosa posterior. El polímero de polipropileno B-1) se transfiere a continuación al al menos segundo reactor de fase gaseosa donde tiene lugar la polimerización del etileno y el propileno o una alfa olefina C₄ a C₁₀ o mezclas a partir de estos en presencia del polímero de polipropileno B-1). Es posible que el polímero así producido se transfiera a un tercer reactor de fase gaseosa.

15 En una realización específica, la composición de poliolefina heterofásica adecuada como componente B) se prepara mediante polimerización secuencial que comprende al menos cuatro reactores en donde se produce en primer lugar el polímero de polipropileno B-1) en el reactor de bucle y el primer reactor de fase gaseosa posterior. Después, el polímero de polipropileno B-1) se transfiere al segundo reactor de fase gaseosa donde tiene lugar la polimerización del etileno y el propileno o una alfa olefina C₄ a C₁₀ o mezclas a partir de estos en presencia del polímero de polipropileno B-1). El polímero así producido se transfiere a continuación al tercer reactor de fase gaseosa opcional donde tiene lugar la polimerización del etileno y el propileno o una alfa olefina C₄ a C₁₀ o mezclas a partir de estos en presencia del producto obtenido en el segundo reactor de fase gaseosa.

20 La polimerización tiene lugar en presencia de catalizadores de Ziegler-Natta altamente estereoespecíficos o catalizadores de sitio único como catalizadores de metaloceno, conocidos por los expertos en la materia.

Un proceso de polimerización secuencial adecuado es, entre otros, el proceso Borstar® de Borealis AG.

30 Preferentemente, la composición de poliolefina heterofásica B) se produce mediante polimerización secuencial si el copolímero B-2) es un copolímero de etileno-propileno.

Si el copolímero B-2) es un etileno-alfa olefina C₄ a C₁₀, la composición de poliolefina heterofásica B) se produce preferentemente mediante mezcla mecánica.

35 Mezclas

Las mezclas de polipropileno-polietileno A) de la presente invención que comprenden el componente B) como compatibilizador tienen propiedades mecánicas mejoradas en comparación con las mezclas que comprenden solamente el componente A).

40 El componente A) está presente en una cantidad del 75 al 90 % en peso, preferentemente del 80 al 90 % en peso, y el componente B) está presente en una cantidad del 10 al 25 % en peso, preferentemente del 10 al 20 % en peso.

Los componentes A) y B) son, por lo tanto, normalmente diferentes.

45 Las mezclas que comprenden el componente A) así como el componente B) tienen una mayor resistencia al impacto con entalla Charpy (de acuerdo con la norma ISO 179-1eA, medida a 23 °C), así como un mayor módulo de flexión (de acuerdo con la norma ISO 178, medido a 23 °C) y una mayor resistencia a la deflexión térmica expresada por la DMTA (de acuerdo con la norma ISO 6721-7) y por la temperatura de deflexión térmica (HDT, de acuerdo con la norma ISO 75) en comparación con las mezclas que comprenden solamente el Componente A).

50 La resistencia al impacto con entalla Charpy (de acuerdo con la norma ISO 179-1eA, medida a 23 °C) de la mezcla de acuerdo con la invención (que comprende los componentes A) y B)) es al menos un 2 % superior, preferentemente al menos un 3 % superior, a la resistencia al impacto con entalla Charpy (de acuerdo con la norma ISO 179-1eA, medida a 23 °C) de la misma mezcla A) sin el compatibilizador B).

Al mismo tiempo, el módulo de flexión (de acuerdo con la norma ISO 178, medido a 23 °C) de la mezcla de acuerdo con la invención (que comprende los componentes A) y B)) es al menos un 3 % superior, preferentemente al menos un 4 % superior, al de la misma mezcla A) sin el compatibilizador B).

60 También, en el DMTA (de acuerdo con la norma ISO 6721-7) la dependencia de la temperatura del módulo de almacenamiento G' de la mezcla de acuerdo con la invención (que comprende los componentes A) y B)) muestra una mayor resistencia a la deflexión térmica expresada por la temperatura a la que se alcanza el módulo de almacenamiento G' de 40 MPa (T(G' = 40 MPa) que es al menos 4 °C superior, preferentemente al menos 6 °C superior, a la de la misma mezcla A) sin el compatibilizador B).

Preferentemente, la temperatura de deflexión térmica (HDT, de acuerdo con la norma ISO 75 B) de la mezcla de acuerdo con la invención (que comprende los componentes A) y B)) es al menos 3 °C superior, preferentemente al menos 4 °C superior, más preferentemente al menos 10 °C superior a la de la misma mezcla A) sin el compatibilizador B).

5 La mezclas de acuerdo con la presente invención se puede usar ventajosamente en un compuesto con uno o más polímeros vírgenes, p. ej., aplicaciones de automoción, tuberías o perfiles para aplicaciones de construcción. Además de polietileno o polietileno y/o polipropileno o propileno vírgenes, dicho compuesto puede comprender además refuerzos inorgánicos u orgánicos como talco, fibras de vidrio o fibras de madera.

10 Opcionalmente, las mezclas de polipropileno-polietileno de acuerdo con la presente invención comprenden además agentes de refuerzo inorgánicos, normalmente cargas inorgánicas. La cantidad total de agentes de refuerzo inorgánicos es preferentemente del 1 al 20 % en peso, más preferentemente del 2 al 15 % en peso basado en la cantidad total de la mezcla de polipropileno-polietileno.

15 Cargas inorgánicas adecuadas son talco, creta, arcilla, mica, arcilla, fibras de madera o fibras de vidrio y fibras de carbono hasta una longitud de 6 mm.

20 El tamaño de partícula medio d_{50} de la carga se puede seleccionar entre 0,5 y 40 μm , preferentemente entre 0,7 y 20 μm y más preferentemente entre 1,0 y 15 μm .

El tamaño de partícula medio (o mediana) es el diámetro de partícula donde el 50 % de las partículas son más grandes y el 50 % son más pequeñas. Se denota como d_{50} o D_{50} .

25 En principio, este valor puede ser determinado por cualquier técnica de medición de partículas, por ejemplo, técnicas de medición basadas en el principio de difracción de la luz.

30 Otras técnicas para determinar el tamaño de las partículas incluyen, por ejemplo, la granulometría, en la que se prepara una suspensión uniforme de una pequeña cantidad del polvo que se va a investigar en un medio de dispersión adecuado y, a continuación, se expone a sedimentación. La distribución porcentual de los tamaños de las partículas se puede estimar a partir de la correlación entre el tamaño y la densidad de las partículas esféricas y su velocidad de sedimentación determinada por la ley de Stokes y el tiempo de sedimentación. Otros métodos para determinar el tamaño de las partículas incluyen microscopía, microscopía electrónica, análisis por tamizado, análisis de sedimentación, determinación de la densidad superficial y similares.

35 Los datos del tamaño de partícula que aparecen en la presente memoria descriptiva se obtuvieron de una manera bien conocida con un procedimiento de ensayo estándar que emplea la ley de sedimentación de Stokes mediante la sedimentación del material en partículas en una condición completamente dispersa en un medio acuoso utilizando una máquina Sedigraph 5100 suministrada por Micromeritics Instruments Corporation, Norcross, Ga, Estados Unidos (teléfono: +1 770 662 3620; sitio web: www.micromeritics.com), denominada en el presente documento "unidad Micromeritics Sedigraph 5100".

Preferentemente se usa talco, fibras de vidrio o fibras de madera, más preferentemente talco, como carga inorgánica.

45 Antes de añadir el talco, se puede tratar con varios agentes de tratamiento superficial, tales como agentes de acoplamiento de titanato orgánico, agentes de acoplamiento de silano, ácidos grasos, sales metálicas de ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos, y similares, de una manera conocida en el estado de la técnica. El talco también se puede añadir sin tratamiento superficial. Preferentemente, el talco se añade sin tratamiento superficial.

50 **Parte experimental:**

1. MÉTODOS

55 El **MFR** se midió de acuerdo con la norma ISO 1133 con una carga de 2,16 kg, a 230 °C para los componentes de PP puro y todas las composiciones, pero a 190 °C para todos los componentes de PE puro.

La **resistencia al impacto con entalla Charpy** se determinó de acuerdo con la norma ISO 179 1eA a 23 °C usando barras de ensayo de 80 x 10 x 4 mm³ moldeadas por inyección de acuerdo con la norma EN ISO 1873-2.

60 El **módulo de flexión** se determinó en flexión de tres puntos de acuerdo con la norma ISO 178 usando barras de ensayo de 80 x 10 x 4 mm³ moldeadas por inyección de acuerdo con la norma EN ISO 1873-2.

65 El **módulo de tracción** se determinó de acuerdo con la norma ISO 527-2 (velocidad de la cruceta = 50 mm/min; 23 °C) usando probetas moldeadas por inyección tal como se describe en la norma EN ISO 1873-2 (forma de hueso de perro, 4 mm de espesor).

La **temperatura de deflexión térmica (HDT)** se determinó de acuerdo con la norma ISO 75 B con una carga de 0,64 MPa usando barras de ensayo de 80 x 10 x 4 mm³ moldeadas por inyección de acuerdo con la norma EN ISO 1873-2.

- 5 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.

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

- 10 La **temperatura de transición vítrea T_g y el módulo de almacenamiento G'** se determinaron mediante análisis mecánico dinámico (DMTA) de acuerdo con la norma ISO 6721-7. Las mediciones se realizaron en modo de torsión en muestras moldeadas por compresión (40 x 10 x 1 mm³) entre -100 °C y +150 °C con una velocidad de calentamiento de 2 °C/min y una frecuencia de 1 Hz. Mientras que la T_g se determinó a partir de la curva del ángulo de pérdida (tan(δ)), la curva del módulo de almacenamiento (G') se utilizó para determinar la temperatura para un G' de 40 MPa que representa una medida de la resistencia a la deflexión térmica.

- 15 La **temperatura de fusión (T_m) y la temperatura de cristalización (T_c)** se midieron con un dispositivo de calorimetría de barrido diferencial (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. La temperatura de cristalización y el calor de cristalización (H_c) se determinan a partir de la etapa de enfriamiento, mientras que la temperatura de fusión y el calor de fusión (H_f) se determinan a partir de la segunda etapa de calentamiento.

- 20 **El contenido de comonomeros**, especialmente el contenido de etileno se mide mediante espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) calibrada con RMN ¹³C. Al medir el contenido de etileno en polipropileno, se preparó una película fina de la muestra (espesor de aproximadamente 250 μm) mediante prensado en caliente. El área de los picos de absorción 720 y 733 cm⁻¹ para copolímeros de propileno-etileno se midió con un espectrómetro Perkin Elmer FTIR 1600.

- 30 El **contenido de polietileno del reciclado** se determinó utilizando la técnica de DSC descrita anteriormente para determinar la temperatura de fusión (T_m) y la temperatura de cristalización (T_c).

- 35 Para el reciclado, el contenido de polietileno se calculó a partir de la entalpía de fusión del PE en DSC (H_m(PE)) asociada al punto de fusión inferior de la composición (T_m(PE)) en el intervalo de 110 a 130 °C. Para la determinación de la presente invención para el PE totalmente cristalino se asumió una entalpía de fusión de 298 J/g y un grado medio de cristalinidad del 50 %.

2. Ejemplos

- 40 Materiales usados

Componente A)

- 45 Para la mezcla virgen de PP/PE, los siguientes dos componentes a) y b) se usaron como una mezcla 1:1 (proporción en peso):

- 50 a) HB600TF: Homopolímero de PP comercializado por Borealis AG, Austria, que tiene un MFR₂ (230 °C) de 2,0 g/10 min, un punto de fusión (DSC) de 165 °C y una densidad de 0,905 g/cm³. Este se ha producido con un catalizador tipo Ziegler-Natta de 4^a generación y carece de agentes nucleantes.
b) MG7547S: Homopolímero de HDPE comercializado por Borealis AG, Austria, que tiene un MFR₂ de 2,0 g/10 min, un punto de fusión (DSC) de 135 °C y una densidad de 0,945 g/cm³.

Material reciclado:

- 55 Se utilizó PO Krublend MFR 3.1-5.0 (regranulado gris): regranulado de poliolefina típico comercializado por Kruschitz GmbH, Austria, que tiene un MFR₂ (230 °C) de 3,4 g/10 min, que comprende cantidades aproximadamente iguales de PP y PE.

- 60 Dipolen S es una mezcla de polímeros reciclados que comprende polietileno y polipropileno obtenida en mtm plastics GmbH, Niedergebra, Alemania y tenía un contenido de polietileno del 40 % en peso determinado por análisis de DSC. Los puntos de fusión determinados por DSC fueron 162 °C (PP) y 128 °C (PP).

Talco:

- 65 Luzenac HAR W92 con un tamaño de partícula medio (o mediana) de 11,5 μm

Componente B)

Compatibilizadores:

Copolímero heterofásico 1 (HECO-1):

- 5 El HECO-1 se produjo en una planta piloto de PP Borstar con un reactor de prepolimerización, un reactor de bucle en suspensión y dos reactores de fase gaseosa.

10 El catalizador utilizado para preparar el HECO-1 se ha producido de la siguiente manera: En primer lugar, se suspendieron 0,1 mol de $MgCl_2 \times 3 EtOH$ en condiciones inertes en 250 ml de decano en un reactor a presión atmosférica. La solución se enfrió hasta una temperatura de $-15\text{ }^\circ\text{C}$ y se añadieron 300 ml de $TiCl_4$ frío manteniendo al mismo tiempo la temperatura a dicho nivel. A continuación, la temperatura de la suspensión se aumentó lentamente hasta $20\text{ }^\circ\text{C}$. A esta temperatura, se añadieron 0,02 mol de ftalato de dioctilo (DOP) a la suspensión. Tras la adición del ftalato, la temperatura se aumentó hasta $135\text{ }^\circ\text{C}$ durante 90 minutos y la suspensión se dejó reposar durante 60 minutos. A continuación, se añadieron otros 300 ml de $TiCl_4$ y la temperatura se mantuvo a $135\text{ }^\circ\text{C}$ durante 120 minutos. Después de esto, el catalizador se separó del líquido por filtración y se lavó seis veces con 300 ml de heptano a $80\text{ }^\circ\text{C}$. A continuación, el componente de catalizador sólido se filtró y se secó. (contenido de Ti: 1,9 % en peso y contenido de Mg: 22,0 % en peso). El catalizador y el concepto de su preparación se describen de forma general, por ejemplo, en las publicaciones de patente EP491566, EP591224 y EP586390.

- 20 El catalizador se utilizó en combinación con dicitlopentildimetoxisilano $[Si(OCH_3)_2(\text{ciclopentilo})_2]$ como donante externo (ED) y trietilaluminio (TEAL) como activador y depurador en las proporciones indicadas en la tabla 1. El catalizador se modificó mediante la polimerización de un compuesto de vinilo en presencia del sistema catalítico. El correspondiente proceso se describe en los documentos EP 1 028 984 y EP 1 183 307.

- 25 Tabla 1: Preparación del copolímero de propileno heterofásico (HECO-1)

| Parámetro | unidad | HECO-1 |
|--------------------------|----------------------|--------|
| Prepolimerización | | |
| temperatura | [$^\circ\text{C}$] | 30 |
| presión | [kPa] | 5400 |
| TEAL/ED | [mol/mol] | 15 |
| tiempo de residencia | [h] | 0,3 |
| Bucle | | |
| temperatura | [$^\circ\text{C}$] | 75 |
| presión | [kPa] | 5700 |
| tiempo de residencia | [h] | 0,3 |
| alimentación de etileno | [kg/h] | 0 |
| relación H2/C3 | [mol/kmol] | 12 |
| GPR1 | | |
| temperatura | [$^\circ\text{C}$] | 80 |
| presión | [kPa] | 2100 |
| tiempo de residencia | [h] | 1,8 |
| alimentación de etileno | [kg/h] | 0 |
| relación H2/C3 | [mol/kmol] | 18 |
| GPR 2 | | |
| temperatura | [$^\circ\text{C}$] | 85 |
| presión | [kPa] | 2000 |
| tiempo de residencia | [h] | 2,1 |
| C2/C3 | [mol/kmol] | 600 |
| relación H2/C3 | [mol/kmol] | 150 |

Tabla 2: Propiedades del copolímero de propileno heterofásico (HECO-1) Bucle, GPR1 y GPR2

| | | HECO-1 |
|--|-------------|---------------|
| Bucle | | |
| división | [% en peso] | 45 |
| MFR ₂ | [g/10 min] | 7 |
| XCS | [% en peso] | 2,1 |
| GPR1 | | |
| división | [% en peso] | 41 |
| MFR ₂ del PP preparado en el GPR1 | [g/10 min] | 7 |
| MFR ₂ del GPR1 | [g/10 min] | 7 |
| XCS del PP preparado en el GPR1 | [% en peso] | 1,9 |
| XCS del GPR1 | [% en peso] | 2,0 |
| GPR2 | | |
| división | [% en peso] | 14 |
| MFR ₂ del GPR2 | [g/10 min] | 3,5 |
| XCS del GPR2 | [% en peso] | 15 |
| iV de XS | [dl/g] | 3,4 |
| C2 de XS | [% en peso] | 45 |
| Tg de XS | [°C] | -53 |

Copolímero heterofásico 2 (HECO-2):

- 5 El HECO-2 se preparó tal como se ha descrito para el HECO-1, pero sin pasar por el 1^{er} reactor de fase gaseosa (GPR1). Los parámetros de reacción específicos se pueden ver en la tabla 3.

Tabla 3: Preparación del polipropileno heterofásico (HECO-2)

| | | HECO-2 |
|--------------------------------|--------------|---------------|
| Prepolimerización | | |
| temperatura | [°C] | 30 |
| presión | [kPa] | 5400 |
| TEAL/ED | [mol/mol] | 6 |
| tiempo de residencia | [h] | 0,3 |
| Bucle | | |
| cantidad de H ₂ | [% en moles] | 3,89 |
| Temperatura | [°C] | 85 |
| Presión | barg | 51,5 |
| MFR ₂ | [g/10 min] | 88 |
| División | [% en peso] | 73 |
| 2. Fase gaseosa | | |
| cantidad de H ₂ | [% en moles] | 0,00009 |
| C ₂ /C ₃ | [mol/kmol] | 378 |
| Temperatura | [°C] | 85 |
| Presión | barg | 25 |
| División | [% en peso] | 27 |
| Producto | | |
| MFR ₂ | [g/10 min] | 10,9 |
| XCS | [% en peso] | 24,5 |
| IV de XCS | [dl/g] | 6,3 |
| C2 de XCS | [% en peso] | 20,8 |
| Tg de XCS | [°C] | -32° |

Copolímero heterofásico 3 (HECO-3):

Se usó una mezcla de HF955MO (homopolímero de PP comercializado por Borealis AG, Austria, con un MFR₂ (230 °C) de 20 g/10 min, un punto de fusión (DSC) de 165 °C y una densidad de 0,905 g/cm³) y Queo[®] 8210 (plastómero de etileno/octeno comercializado por Borealis AG, Austria, con un MFR₂ (190 °C) de 10 g/10 min, un punto de fusión (DSC) de 75 °C y una densidad de 0,882 g/cm³; el plastómero tiene una T_g (DMTA) de -45 °C y una viscosidad intrínseca de 3,1 dl/g) en composiciones variables tal como se indica en la tabla 4.

Copolímero heterofásico 4 (HECO-4)

El HECO-4 se produjo en una planta piloto de PP Borstar[®] con un reactor de prepolimerización, un reactor de bucle de suspensión y tres reactores de fase gaseosa.

El catalizador utilizado para preparar el HECO-4 se ha producido de la siguiente manera: En primer lugar, se suspendieron 0,1 mol de MgCl₂ x 3 EtOH en condiciones inertes en 250 ml de decano en un reactor a presión atmosférica. La solución se enfrió hasta una temperatura de -15 °C y se añadieron 300 ml de TiCl₄ frío manteniendo al mismo tiempo la temperatura a dicho nivel. A continuación, la temperatura de la suspensión se aumentó lentamente hasta 20 °C. A esta temperatura, se añadieron 0,02 mol de ftalato de dioctilo (DOP) a la suspensión. Tras la adición del ftalato, la temperatura se aumentó hasta 135 °C durante 90 minutos y la suspensión se dejó reposar durante 60 minutos. A continuación, se añadieron otros 300 ml de TiCl₄ y la temperatura se mantuvo a 135 °C durante 120 minutos. Después de esto, el catalizador se separó del líquido por filtración y se lavó seis veces con 300 ml de heptano a 80 °C. A continuación, el componente de catalizador sólido se filtró y se secó. (contenido de Ti: 1,9 % en peso y contenido de Mg: 22,0 % en peso). El catalizador y el concepto de su preparación se describen de forma general, por ejemplo, en las publicaciones de patente EP491566, EP591224 y EP586390.

El catalizador se utilizó en combinación con dicitlopentildimetoxisilano [Si(OCH₃)₂(ciclopentilo)₂] como donante externo (ED) y trietilaluminio (TEAL) como activador y depurador en las proporciones indicadas en la tabla 1. El catalizador se modificó mediante la polimerización de un compuesto de vinilo en presencia del sistema catalítico. El correspondiente proceso se describe en los documentos EP 1 028 984 y EP 1 183 307.

Tabla 4: Preparación del copolímero de propileno heterofásico (HECO-4)

| Parámetro | unidad | HECO-4 |
|---|------------|--------|
| Prepolimerización | | |
| temperatura | [°C] | 30,96 |
| presión | [kPa] | 5588 |
| TEAL/ED | [mol/mol] | 10,30 |
| tiempo de residencia | [h] | |
| Bucle | | |
| temperatura | [°C] | 76,05 |
| presión | [kPa] | 5546 |
| tiempo de residencia | [h] | 0,7 |
| alimentación de etileno | [kg/h] | 2,91 |
| relación H ₂ /C ₃ | [mol/kmol] | 20,64 |
| GPR 1 | | |
| temperatura | [°C] | 83,02 |
| presión | [kPa] | 2300 |
| tiempo de residencia | [h] | 1,61 |
| alimentación de etileno | [kg/h] | 0,15 |
| relación H ₂ /C ₃ | [mol/kmol] | 74,81 |
| GPR 2 | | |
| temperatura | [°C] | 74,37 |
| presión | [kPa] | 2037 |
| tiempo de residencia | [h] | |
| C ₂ /C ₃ | [mol/kmol] | 222,79 |
| relación H ₂ /C ₃ | [mol/kmol] | 3,11 |

(continuación)

| Parámetro | unidad | HECO-4 |
|-----------------------|-------------|--------|
| GPR 3 | | |
| temperatura | [°C] | 72,56 |
| presión | [kPa] | 13,96 |
| tiempo de residencia | [h] | |
| C2/C3 | [mol/kmol] | 238,54 |
| relación H2/C3 | [mol/kmol] | |
| Producto | | |
| MFR ₂ | [g/10 min] | 5,5 |
| XCS | [% en peso] | 22 |
| IV de XCS | [dl/g] | 6,0 |
| C2 de XCS | [% en peso] | 21 |
| T _g de XCS | [°C] | -38 |

El MFR (230 °C, 2,16 kg, ISO 1133) del producto de GPR1 fue de 70 g/10 min.

5 Ejemplo comparativo (CE 1)

10 Para el ejemplo comparativo CE 1 se usó BF970MO: copolímero de impacto de etileno-propileno heterofásico (PP-HECO) comercializado por Borealis AG, Austria, con un MFR₂ (230 °C) de 20 g/10 min, un punto de fusión (DSC) de 165 °C y una densidad de 0,905 g/cm³. El polímero tiene un contenido de XCS del 17,5 % en peso con un 34 % en peso de C2 y una viscosidad intrínseca de 2,6 dl/g.

15 Las mezclas del componente A), y el componente B) se prepararon en una extrusora de doble tornillo de corrotación Coperion ZSK 25 equipada con una configuración de tornillo mezclador con una relación L/D de 25. Se usó una temperatura de fusión de 200-220 °C durante la mezcla, solidificando las hebras de masa fundida en un baño de agua seguido de peletización de las hebras.

Las cantidades de los diferentes componentes y las propiedades mecánicas de las mezclas se pueden ver en las tablas 4 y 5.

| Tabla 4 | | | | | | | | | | | | |
|---------|----------------------------------|---|----------------------------------|---|----------|---------------------|----------|---------------|-----------|----------------------------|-----------|--|
| Ej. | Componente A | Componente B | MFR 230 °C/2,16 kg [g/10 min] | NIS Charpy 23 °C [kJ/m ²] | Δ [%] | Mod. Flex. [MPa] | Δ [%] | HDT B [°C] | Δ [°C] | T (G' = 40 MPa) [°C] | Δ [°C] | |
| Ref. 1 | 100 % en peso de PO Krublend | - | 3,4 | 6,17 | - | 991 | - | 46 | - | 121 | - | |
| IE 1 | 85 % en peso de PO Krublend | 15 % en peso de HECO-1 | 2,1 | 6,42 | +4 | 1084 | +9,4 | 76 | +30 | 131 | +10 | |
| IE 2 | 85 % en peso de PO Krublend | 15 % en peso de HECO-2 | 2,1 | 6,69 | +8 | 1055 | +6,4 | 77 | +31 | 130 | +9 | |
| IE 3 | 85 % en peso de PO Krublend | 5 % en peso de Queo/ 10 % de HF955MO | 6,9 | 6,51 | +5,5 | 1068 | +7,7 | 73 | +27 | 130 | +9 | |
| CE 1 | 85 % en peso de PO Krublend | 15 % peso de BF970MO | 4,7 | 5,73 | -7,1 | 1105 | +11 | 78 | +32 | 132 | +11 | |
| CE 2 | 95 % en peso de PO Krublend | 5 % en peso de HECO-2 | 2,1 | 5,8 | -17,3 | 1081 | +9,1 | 76 | +30 | 131 | +10 | |
| CE 3 | 85 % en peso de PO Krublend | 10 % en peso de Queo/ 5 % de HF955MO | 6,7 | 8,27 | +34 | 922 | -7,0 | 45 | -1 | 119 | -2 | |
| Ref. 2 | 100 % de mezcla virgen | - | 5,3 | 4,69 | - | 1376 | - | 89 | - | 129 | - | |
| IE 4 | 85 % en peso de mezcla virgen | 15 % en peso de HECO-2 | 4,9 | 6,11 | +30 | 1444 | +4,9 | 93 | +4 | 135 | +6 | |
| IE 5 | 85 % en peso de mezcla virgen | 15 % en peso de HECO-1 | 4,9 | 5,8 | +23 | 1446 | +5,1 | 92 | +3 | 140 | +11 | |

| Tabla 5 | | | | | | | | | | | | |
|---------|----------------------------|------------------------|--------------|----------------------------------|---|-----|---------------------|-----|----------------------|------|---------------|-------|
| Ej. | Comp. A | Comp. B | talco | MFR 230 °C/2,16 kg [g/10 min] | NIS Charpy 23 °C [kJ/m ²] | % Δ | Mod. Flex. [MPa] | % Δ | Mod. Tracc. [MPa] | Δ | HDT B [°C] | Δ |
| | | | | | | [%] | [MPa] | [%] | [MPa] | [%] | [°C] | [°C] |
| Ref. 2 | 100 % en peso de Dipolen S | - | | 6 | 5 | - | 946 | - | 900 | - | 71 | - |
| Ref. 3 | 90 % en peso de Dipolen S | - | 10 % en peso | 6,98 | 4 | -20 | 1355 | 43 | 1381 | +53 | 79,5 | +8,5 |
| Ref. 4 | 80 % en peso de Dipolen S | - | 20 % en peso | 5,42 | 3,93 | -21 | 1929 | 104 | 1895 | +111 | 90,7 | +19,7 |
| Ref. 5 | 70 % en peso de Dipolen S | - | 30 % en peso | 4,42 | 2,57 | -49 | 2613 | 176 | 2489 | +177 | 98,7 | +27,7 |
| IE6 | 85 % en peso de Dipolen S | 15 % en peso de HECO-4 | ... | 7 | 8,57 | +71 | 953 | 0,7 | 1082 | +20 | 72,6 | +1,6 |
| IE7 | 85 % en peso de Dipolen S | 10 % en peso de HECO-4 | 5 % en peso | 6,7 | 7,17 | +43 | 1194 | 26 | 1248 | +38 | 78,6 | +7,6 |

Tal como lo demuestran la Ref. 2 a la Ref. 5, la adición de talco en cantidades del 10, 20 y 30 % en peso lleva a un módulo de tracción y de flexión superiores. Sin embargo, la resistencia al impacto se deteriora simultáneamente. El uso del polímero de acuerdo con la presente invención lleva al equilibrio deseado de buenas propiedades de impacto y rigidez.

REIVINDICACIONES

1. Mezclas de polipropileno-polietileno que comprenden

5 el componente A), del 75 al 90 % en peso de una mezcla de

A-1) del 30 al 70 % en peso de polipropileno y
A-2) del 70 al 30 % en peso de polietileno;

10 mediante lo cual el componente (A) no es un polímero heterofásico,
y

B) siendo del 10 al 25 % en peso de un compatibilizador una composición de poliolefina heterofásica que comprende

15 B-1) del 55 a al 90 % en peso de un polipropileno con un MFR₂ de entre 1,0 y 300 g/10 min (de acuerdo con la norma ISO 1133 a 230 °C con una carga de 2,16 kg) y

20 B-2) del 45 al 10 % en peso de un copolímero de etileno y propileno o una alfa olefina C₄ a C₁₀ con una temperatura de transición vítrea T_g (medida con análisis térmico mecánico dinámico, DMTA, de acuerdo con la norma ISO 6721-7) inferior a -45 °C y una viscosidad intrínseca (medida en decalina de acuerdo con la norma DIN ISO 1628/1 a 135 °C) de al menos 3,3 dl/g,

mediante lo cual la mezcla tiene

25 (i) una resistencia al impacto con entalla Charpy (de acuerdo con la norma ISO 179-1eA, medida a 23 °C) al menos un 2 % superior a la de la misma mezcla sin el compatibilizador B) y al mismo tiempo

(ii) un módulo de flexión (de acuerdo con la norma ISO 178) al menos un 3 % superior al de la misma mezcla sin el compatibilizador B) y adicionalmente

30 (iii) una resistencia a la deflexión térmica (determinada con DMTA de acuerdo con la norma ISO 6721-7) expresada por la temperatura a la que se alcanza el módulo de almacenamiento G' de 40 MPa (T(G' = 40 MPa) que es al menos 4 °C superior a la de la misma mezcla sin el compatibilizador B).

2. Mezclas de polipropileno-polietileno de acuerdo con la reivindicación 1 que tienen una temperatura de deflexión térmica (HDT, de acuerdo con la norma ISO 75 B) al menos 3 °C superior a la de la misma mezcla sin el compatibilizador B).

35 3. Mezclas de polipropileno-polietileno de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en donde el Componente A) es un material reciclado, que se recupera de residuos de material plástico derivados de residuos posconsumo y/o posindustriales.

40 4. Mezclas de polipropileno-polietileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 3, en donde el Componente B-1) se selecciona de entre homopolímeros de polipropileno isotácticos o predominantemente isotácticos o de copolímeros aleatorios de propileno con etileno y/o alfa-olefinas C₄ a C₈, en donde el contenido total de comonomeros varía del 0,05 al 10 % en peso, en donde los polipropilenos tienen una densidad de 0,895 a 0,920 g/cm³ (de acuerdo con la norma ISO 1183) y,

45 en el caso de homopolímeros de propileno, que tienen una temperatura de fusión de 150 a 170 °C, (determinada por calorimetría diferencial de barrido (DSC) de acuerdo con la norma ISO 11357-3) y, en el caso de copolímeros aleatorios de propileno con etileno y/o alfa-olefinas C₄ a C₈, que tienen una temperatura de fusión de 130 a 162 °C (determinada por DSC de acuerdo con la norma ISO 11357-3).

50 5. Mezclas de polipropileno-polietileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 4, en donde el Componente B) se selecciona de entre

(i) una mezcla en el reactor obtenida por un proceso de polimerización secuencial en al menos dos reactores, mediante lo cual se produce en primer lugar el polipropileno B-1) y en segundo lugar se produce el copolímero B-2) de etileno y propileno en presencia del polipropileno B-1) o

55 (ii) una mezcla mecánica de un polipropileno B-1) y un copolímero B-2) de etileno y alfa olefina C₄ a C₁₀.

60 6. Mezclas de polipropileno-polietileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 5, en donde el Componente A) está presente en una cantidad del 80 al 90 % en peso y el Componente B) está presente en una cantidad del 10 al 20 % en peso.

7. Mezclas de polipropileno-polietileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 6, en donde en el Componente B), el componente B-1) está presente en una cantidad del 60 al 88 % en peso y el componente B2) está presente en una cantidad del 12 al 40 % en peso.

65 8. Uso de una composición de poliolefina heterofásica que comprende

- B-1) del 55 a al 90 % en peso de un polipropileno con un MFR₂ de entre 1,0 y 300 g/10 min (de acuerdo con la norma ISO 1133 a 230 °C con una carga de 2,16 kg) y
- 5 B-2) del 45 al 10 % en peso de un copolímero de etileno y propileno o una alfa olefina C₄ a C₁₀ con una T_g (medida con análisis térmico mecánico dinámico, DMTA, de acuerdo con la norma ISO 6721-7) inferior a -45 °C y una viscosidad intrínseca (medida en decalina de acuerdo con la norma DIN ISO 1628/1 a 135 °C) de al menos 3,3 dl/g, como compatibilizador para mezclas de polipropileno-polietileno que comprenden el componente A), mediante lo cual el componente (A) no es un polímero heterofásico, y
- 10 mediante lo cual el componente (A) está presente en una cantidad del 75 al 90 % en peso con respecto a la mezcla de polipropileno-polietileno resultante mediante lo cual el componente A) es una mezcla de
- A-1) del 30 al 70 % en peso de polipropileno y
- 15 A-2) del 70 al 30 % en peso de polietileno; y en donde además
- la composición de poliolefina heterofásica se usa en una cantidad del 10 al 25 % en peso con respecto a la mezcla de polipropileno-polietileno resultante para aumentar simultáneamente la resistencia al impacto con entalla Charpy (de acuerdo con la norma ISO 179-1eA, medida a 23 °C), el módulo de flexión (de acuerdo con la norma ISO 178) así como la resistencia a la deflexión
- 20 térmica (determinada con DMTA de acuerdo con la norma ISO 6721-7), mediante lo cual la resistencia al impacto con entalla Charpy (de acuerdo con la norma ISO 179-1eA, medida a 23 °C) de la mezcla que comprende el componente A) y el componente B) es al menos un 2 % superior a la resistencia al impacto con entalla Charpy (de acuerdo con la norma ISO 179-1eA, medida a 23 °C) de la misma mezcla A) sin el compatibilizador B), y mediante lo cual
- 25 el módulo de flexión (de acuerdo con la norma ISO 178, medido a 23 °C) de la mezcla que comprende los componentes A) y B)) es al menos un 3 % superior al de la misma mezcla A) sin el compatibilizador B) y mediante lo cual
- 30 la temperatura de deflexión térmica (HDT, de acuerdo con la norma ISO 75 B) de la mezcla que comprende los componentes A) y B)) es al menos 4 °C superior a la de la misma mezcla A) sin el compatibilizador B).
9. Uso de acuerdo con la reivindicación 8, en donde la mezcla de polipropileno-polietileno A) es un material reciclado, que se recupera de residuos de material plástico derivados de residuos posconsumo y/o posindustriales.
10. Uso de una mezcla de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en un compuesto con uno o más
- 35 polímeros vírgenes para aplicaciones de automoción, tuberías o perfiles para aplicaciones de construcción.
11. Uso de acuerdo con la reivindicación 10, mediante el cual la mezcla es una mezcla tal como se reivindica en la reivindicación 3.
- 40 12. Uso de acuerdo con las reivindicaciones 10 u 11, mediante el cual un compuesto de este tipo puede comprender además refuerzos inorgánicos u orgánicos seleccionados de entre talco, fibras de vidrio o fibras de madera.