

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 989 267**

51 Int. Cl.:

**C08L 23/12** (2006.01)

**C08L 23/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.10.2020 PCT/EP2020/078736**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.04.2021 WO21074125**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.10.2020 E 20792365 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.05.2024 EP 4045590**

54 Título: **Mezcla de poliolefinas que contiene polialfa-olefina amorfa**

30 Prioridad:

**16.10.2019 EP 19203594**

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

**25.11.2024**

73 Titular/es:

**EVONIK OPERATIONS GMBH (100.0%)  
Rellinghauser Straße 1-11  
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**BABIK, SEBASTIAN;  
CEPA, STEFFEN;  
HESSNER, SEBASTIAN y  
KIRSCHBAUM, STEFAN**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 989 267 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

Mezcla de poliolefinas que contiene polialfa-olefina amorfa

- 5 La presente invención se refiere a una mezcla que contiene al menos dos poliolefinas diferentes, que se caracteriza por que contiene como constituyente adicional una polialfa-olefina amorfa, que está basada en los monómeros eteno, propeno y 1-buteno y cuya viscosidad medida a 190 °C según el procedimiento especificado en la descripción es de 200 mPa\*s a 200.000 mPa\*s, conteniendo la mezcla, como al menos dos poliolefinas diferentes, polietileno y polipropileno, y en la que el polietileno presenta un índice de fluidez en estado fundido [MFI 2,16 kg a 190°C]
- 10 determinado según el procedimiento ISO 1133 especificado en la descripción inferior a 10 g/10 min, preferentemente de 0,01 a 2 g/10 min y el polipropileno presenta un índice de fluidez en estado fundido [MFI 2,16 kg a 230°C] determinado según el procedimiento especificado en la descripción inferior a 50 g/10 min, preferentemente de 0,01 a 25 g/10 min, a un procedimiento para producir dichas mezclas y a su uso.
- 15 Las poliolefinas, especialmente los homopolímeros y copolímeros de las clases de los polietilenos, polipropilenos y polibutenos, forman la clase más grande de plásticos de uso común y registran los mayores volúmenes de producción a nivel mundial. Los principales sectores de aplicación de estos materiales son películas, envases y diversas piezas moldeadas por inyección, por ejemplo para la fabricación de automóviles. Especialmente en la fabricación de automóviles, es importante producir estas piezas moldeadas por inyección con un equilibrio satisfactorio entre
- 20 resistencia mecánica y resistencia al impacto para asegurar la mejor idoneidad para el uso diario.
- Para garantizar este equilibrio, a menudo se utilizan mezclas que contienen un componente que se incluye para asegurar la resistencia mecánica, generalmente un polipropileno cristalino, y otro componente que se incluye para asegurar la resistencia al impacto, a menudo un componente con alto contenido en polietileno. Este último componente
- 25 es a menudo gomoso y a veces pegajoso, por lo que no se puede aumentar arbitrariamente la proporción de este componente en el proceso de producción, dado que de lo contrario la mezcla ya no se podría procesar al producirse adherencias entre partes de la instalación.
- Para aumentar la calidad de las mezclas poliméricas heterofásicas, en particular las que contienen polietileno y polipropileno, a menudo se utilizan aditivos para compatibilizar la matriz de polipropileno con estructura cristalina responsable de la resistencia mecánica con la fracción blanda con alto contenido en polietileno que absorbe la fuerza del impacto.
- 30 El documento EP 0884353 A1 describe una composición de combinación sinérgica que comprende un copolímero aleatorio de etileno/propileno y un copolímero aleatorio de etileno/α-olefina con una densidad de baja a muy baja, en la que la α-olefina contiene al menos 4 átomos de carbono. Se refiere además a composiciones poliolefínicas, en particular composiciones de polipropileno, que comprenden la composición de combinación. El copolímero aleatorio de etileno/α-olefina presenta un MFI de 0,1 a 30 dg/min.
- 35 El documento EP 1418205 A1 describe composiciones poliméricas para cuerpos moldeados por inyección que contienen polietileno y polipropileno, así como un terpolímero elaborado a partir de los monómeros eteno, propeno y 1-buteno como polialfa-olefina amorfa. El polietileno presenta un índice de fluidez en estado fundido MFI (2,16 kg, 190°C) de 70 y el polipropileno un índice de fluidez en estado fundido (2,16 kg, 230°C) de 1200 g/10 min.
- 40 El documento US 2016102230 A1 describe composiciones que se utilizan para fabricar adhesivos termofusibles. Las composiciones contienen polietileno y polipropileno, así como una polialfa-olefina amorfa producida a partir de los monómeros eteno, propeno y 1-buteno.
- 45 El documento US 2018134884 A1 describe el uso de copolímeros de bloque C<sub>3</sub>-C<sub>2</sub> y componentes de caucho de estireno-etileno-butileno-estireno (SEBS) con un MFI máximo de 30 dg/min.
- 50 El documento US 2019218383 A1 describe composiciones poliméricas que comprenden del 1 al 30% en peso de un copolímero que se puede obtener haciendo reaccionar etileno con una α-olefina que tiene de 3 a 10 átomos de carbono. El copolímero presenta un MFI de 100 a 2000 dg/min y una distribución de peso molecular (MWD) de entre 1 y 5.
- 55 El documento WO 2011/119486 A1 describe la producción de una mezcla "modificada para aumentar la resistencia al impacto" a base de poliolefinas (PP o HDPE) por medio de un copolímero de etileno-α-olefina con una MWD muy inferior a 5.
- 60 El documento CA 2102542 A1 describe un proceso en fase gaseosa para producir un copolímero C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub> con un MFI máximo de 500 y menciona el hecho de que el material se obtiene en una forma "no pegajosa" posteriormente a los reactores de fase gaseosa. También se describe que un alto contenido de caucho representa un problema en el proceso.
- 65

Más recientemente ha constituido otro desafío el procesamiento de materiales reciclados que contienen polipropileno y/o polietileno para dar mezclas que, después del procesamiento, presenten propiedades materiales similares a las que se pueden obtener usando polietileno y/o polipropileno virgen.

5 Por lo tanto, el objetivo de la presente invención era proporcionar mezclas de poliolefinas con las que se logren uno o más de los objetivos mencionados anteriormente.

10 Sorprendentemente se ha descubierto que con mezclas que contienen al menos dos poliolefinas diferentes, que contienen como constituyente adicional una polialfa-olefina amorfa que está basada en los monómeros eteno, propeno y 1-buteno y cuya viscosidad a 190°C es de 200 mPa·s a 200.000 mPa·s, pueden lograrse uno o más de los objetivos mencionados.

15 Por lo tanto, la presente invención se refiere a mezclas que contienen al menos dos poliolefinas diferentes, que se caracterizan por que como constituyente adicional contienen una polialfa-olefina amorfa (APAO) que está basada en los monómeros eteno, propeno y 1-buteno y cuya viscosidad es de 190°C determinada según el procedimiento especificado a continuación en la sección de procedimientos de medición es de 200 mPa·s a 200.000 mPa·s, conteniendo las mezclas como al menos dos poliolefinas diferentes polietileno y polipropileno, y en las que el polietileno presenta un índice de fluidez en estado fundido [MFI 2,16 kg a 190°C] determinado según el procedimiento ISO 1133 especificado en la descripción inferior a 10 g/10 min, preferentemente de 0,01 a 2 g/10 min y el polipropileno presenta un índice de fluidez en estado fundido [MFI 2,16 kg a 230°C] determinado según el procedimiento especificado en la descripción inferior a 50 g/10 min, preferentemente de 0,01 a 25 g/10 min.

25 La presente invención también proporciona un procedimiento para producir una mezcla según la invención y su uso tal como se define en las reivindicaciones y se describe con más detalle a continuación.

30 Las mezclas según la invención tienen la ventaja de que presentan propiedades materiales mejoradas. En particular, las mezclas según la invención presentan una resistencia al impacto buena o, respectivamente, mejorada y un comportamiento de expansión bueno o, respectivamente, mejorado con una pérdida moderada de resistencia a la tracción.

Otra ventaja de las mezclas según la invención es que, cuando como poliolefinas diferentes contienen polietileno y polipropileno, presentan una buena compatibilidad de fases de polietileno y polipropileno.

35 Debido al uso de APAO, las mezclas según la invención también pueden contener mayores cantidades de material reciclado, en particular materiales reciclados de polietileno y/o propileno, sin que las propiedades materiales se deterioren hasta tal punto que el material ya no pueda utilizarse para el fin previsto.

40 Actualmente la separación de residuos poliméricos no se puede realizar de forma que se obtengan materiales puros, de modo que, por ejemplo, los materiales reciclados de PE contienen aún determinadas cantidades de polímeros de PP y los materiales reciclados de PP contienen aún pequeñas cantidades de polímeros de PE. El uso de APAO según la invención es especialmente ventajoso para mezclas que contienen dichos materiales reciclados que no son materiales puros.

45 Las mezclas según la invención, el procedimiento según la invención y el uso de las mezclas según la invención se describen a continuación a modo de ejemplo, sin que la invención se limite a estas formas de realización de ejemplo. Si a continuación se indican intervalos, fórmulas generales o clases de compuestos, se pretende que comprendan no solo los intervalos o grupos de compuestos correspondientes que se mencionan explícitamente, sino también todos los subintervalos y subgrupos de compuestos que se pueden obtener eliminando valores (intervalos) individuales o compuestos. Si se citan documentos en el contexto de la presente descripción, se pretende que su contenido, en particular con respecto a los hechos a los que se hace referencia, forme completamente parte del contenido de la divulgación de la presente invención. Si a continuación se indican datos en forma de porcentajes, a menos que se indique lo contrario, se trata de datos en % en peso. Si a continuación se indican valores promedio, por ejemplo, valores promedio de la masa molecular, se trata del promedio en número, a menos que se indique lo contrario. Si a continuación se indican propiedades materiales tales como, por ejemplo, viscosidades o similares, a menos que se indique lo contrario se trata de propiedades materiales a 25°C. Si se utilizan fórmulas (moleculares) químicas en la presente invención, los índices proporcionados pueden representar tanto números absolutos como valores promedio. En el caso de compuestos poliméricos, los índices representan preferentemente valores promedio.

60 Las mezclas según la invención que contienen al menos dos poliolefinas diferentes se caracterizan por que como constituyente adicional contienen una polialfa-olefina amorfa, que está basada en los monómeros eteno, propeno y 1-buteno y cuya viscosidad a 190°C determinada según el procedimiento especificado en la sección de procedimientos de medición siguiente es de 200 mPa·s a 200.000 mPa·s, preferentemente de 1.000 a 150.000 mPa·s, de forma preferida de 2.000 a 100.000 mPa·s y de forma particularmente preferida de 3.000 a 50.000 mPa·s, conteniendo las mezclas, como al menos dos poliolefinas diferentes, polietileno y polipropileno, y en las que el polietileno presenta un índice de fluidez en estado fundido [MFI 2,16 kg a 190°C] determinado según el procedimiento ISO 1133 especificado en la descripción inferior a 10 g/10 min, preferentemente de 0,01 a 2 g/10 min y el polipropileno presenta un índice de

fluidez en estado fundido [MFI 2,16 kg a 230 °C] determinado según el procedimiento especificado en la descripción inferior a 50 g/10 min, preferentemente de 0,01 a 25 g/10 min.

5 La mezcla según la invención contiene polietileno y polipropileno como al menos dos poliolefinas diferentes. Preferentemente, la proporción de la poliolefina minoritaria en la mezcla es del 1% al 45% en peso, de forma preferida del 2% al 30% en peso y de forma particularmente preferida del 5% al 20% en peso y la proporción de poliolefina mayoritaria en la mezcla es preferentemente del 55 al 99% en peso, de forma preferida del 70 al 98% en peso y de forma particularmente preferida del 80 al 95% en peso, con respecto a la masa total de las, al menos dos, poliolefinas diferentes presentes en la mezcla. En particular, si las, al menos dos, poliolefinas diferentes son totalmente o  
10 parcialmente un material reciclado, se prefieren las proporciones mencionadas anteriormente.

Puede ser ventajoso que al menos una de las dos poliolefinas diferentes sea al menos parcialmente, preferentemente en más del 50% en peso y de forma preferida en su totalidad un material reciclado. Preferentemente, de las, al menos dos, poliolefinas diferentes, ambas poliolefinas son al menos parcialmente, preferentemente en más del 50% en peso y de forma particularmente preferida en su totalidad, un material reciclado.  
15

La proporción de polialfa-olefina amorfa en la mezcla según la invención es preferentemente del 1 al 25% en peso, preferentemente del 2 al 15% en peso, de forma particularmente preferida del 3 al 10% en peso y de forma muy particularmente preferida del 5 al 7,5% en peso con respecto a la masa total de la mezcla.  
20

La polialfa-olefina amorfa presenta preferentemente una polidispersidad (Mw/Mn) de 5 a 10 y/o, preferentemente y, una temperatura de transición vítrea de -45°C a -25°C, determinada en cada caso según el procedimiento de medición especificado a continuación en la sección de procedimientos de medición.

25 La polialfa-olefina amorfa presenta preferentemente un índice de fluidez en estado fundido [MFI 2,16 kg a 140°C] de 40 a 10.000, preferentemente de 50 a 5.000 y preferentemente de 100 a 2.000, determinado según el procedimiento de medición especificado a continuación en la sección de procedimientos de medición.

30 En la polialfa-olefina amorfa, que está basada en los monómeros etileno, propileno y 1-buteno, la proporción de los monómeros propileno o 1-buteno es superior al 50% en peso, preferentemente del 51 al 98% en peso, y la proporción de la suma de los monómeros restantes etileno y 1-buteno o, respectivamente, etileno y propeno es respectivamente inferior al 50% en peso, con respecto a la suma de las proporciones de etileno, propileno y 1-buteno. La proporción de etileno es preferentemente del 1 al 15% en peso con respecto a la suma de los monómeros etileno, propileno y 1-buteno.  
35

Puede ser ventajoso que la polialfa-olefina amorfa presente isotacticidades de los bloques de 1-buteno o, respectivamente, propeno inferiores al 80% de la pentada mmmm, determinadas según el procedimiento de medición especificado en la descripción.

40 Preferentemente, la mezcla es una mixtura de los constituyentes mencionados, preferentemente una mixtura en gránulos de gránulos de los constituyentes mencionados. Puede ser ventajoso que la mezcla se presente en forma de gránulos mixtos, en el que cada gránulo contenga en cada caso todos los constituyentes. Estos gránulos mixtos tienen la ventaja de que al procesarlos, por ejemplo mediante moldeo por inyección, se obtienen componentes en los que los constituyentes están distribuidos de forma más homogénea, lo que puede dar como resultado mejores propiedades materiales.  
45

La mezcla según la invención puede contener otros constituyentes tales como, por ejemplo, aditivos, cargas y/o pigmentos (orgánicos o inorgánicos). Como cargas, las mezclas según la invención contienen preferentemente fibras, preferentemente fibras de vidrio, fibras minerales, fibras de madera u otros componentes de fibra. De esta forma se puede mejorar la resistencia mecánica de las mezclas según la invención. Por lo tanto, las mezclas se pueden utilizar en aplicaciones que imponen mayores exigencias mecánicas al material utilizado, tal como, por ejemplo, cuando se utilicen como, o para la fabricación de, compuestos o materiales compuestos. La mezcla contiene preferentemente del 0,01 al 3% en peso de al menos un antioxidante, con respecto a la suma de APAO y antioxidantes. Como antioxidantes se pueden utilizar cualquier sustancia conocida como antioxidantes y/o inhibidores, es decir, sustancias que detienen la progresión de una reacción radicalaria. La mezcla según la invención contiene preferentemente aminas estéricamente impedidas, por ejemplo derivados de piperidina, preferentemente fenoles estéricamente impedidos, tales como, por ejemplo, Irganox 1010, Naugard XL1, Songnox 1035. De este modo se puede evitar la degradación de la APAO y/o evitarse o reducirse el amarilleamiento de la APAO.  
50  
55

60 La mezcla puede contener preferentemente del 0,01 al 3% en peso de al menos un producto de degradación de un formador de radicales, con respecto a la suma de APAO y productos de degradación de formadores de radicales. La mezcla según la invención contiene preferentemente ácido benzoico, metanol, butanol, terc-butanol, ácido propiónico y/o preferentemente 2,5-dimetilhexanol como producto de degradación de un formador de radicales.

65 Las mezclas según la invención pueden prepararse mediante procedimientos conocidos para la producción de mezclas. La producción de las mezclas según la invención se realiza preferentemente según el procedimiento para la

producción de mezclas que se describe a continuación, que se caracteriza por que se mezclan los constituyentes de la mezcla.

5 En el procedimiento según la invención los constituyentes se utilizan preferentemente en forma de polvo o gránulos y se mezclan. Puede ser ventajoso que una mixtura de gránulos así obtenida se procese para dar gránulos mixtos, por ejemplo mediante extrusión de la mixtura de gránulos. Por ejemplo, la mixtura de gránulos se puede aplicar a través de un tambor de mezcla o a través de una tolva los gránulos se pueden cargar a través de un embudo de mezcla y después se pueden alimentar homogéneamente a una extrusora de mezcla a un proceso de granulación adicional y después estos gránulos cargados con aditivos se pueden someter a procesos de procesamiento posteriores.

10 Alternativamente, a través de una secuencia de extrusoras, los componentes se pueden dosificar como corriente de masa fundida en una extrusora, que después desemboca en un proceso de conformación. Además, mediante uno de estos procesos también se puede fabricar la pieza final directamente por medio de un proceso de extrusión o moldeo por inyección, sin tener que pasar por el granulado.

15 Puede ser ventajoso que el procedimiento según la invención contenga una etapa que incluya la producción de envases, películas, piezas moldeadas por inyección, tubos, mangueras, fibras, textiles, botellas, carcasas de plástico, compuestos de mezclas maestras para mejorar la dispersión de pigmentos, plásticos para construcción en el sector de la automoción o del transporte.

20 Las mezclas según la invención o las mezclas producidas según la invención se pueden utilizar para todas las aplicaciones para las que se utilizan habitualmente mezclas de poliolefinas. Las mezclas según la invención o, respectivamente, las mezclas producidas según la invención se utilizan preferentemente como, o para la producción de, envases, películas, piezas moldeadas por inyección, tubos, mangueras, fibras, textiles, botellas, carcasas de plástico, compuestos de mezclas maestras para mejorar la dispersión de pigmentos, plásticos para construcción en el sector de la automoción o del transporte.

25

También, sin más explicaciones, se supone que un especialista puede utilizar la descripción anterior en su sentido más amplio. Por lo tanto, las formas de realización preferidas y los ejemplos se deben interpretar únicamente como una divulgación descriptiva, pero de ningún modo limitante.

30

El objeto de la presente invención se explica con más detalle con referencia a las figuras 1 y 2, sin que el objeto de la presente invención quede limitado a las mismas.

35 La figura 1 muestra una micrografía electrónica de barrido del borde de fractura de la muestra de ensayo según el ejemplo 1.11, preparada y registrada tal como se describe en el ejemplo 2.

La figura 2 muestra una micrografía electrónica de barrido del borde de fractura de la muestra de ensayo según el ejemplo 1.12, preparada y registrada tal como se describe en el ejemplo 2.

40 El objeto de la presente invención se explica con más detalle en los ejemplos siguientes, sin que el objeto de la presente invención se limite a los mismos.

**Procedimiento de medición:**

45 Resistencia al impacto entallada: La resistencia al impacto entallada se determinó según la norma IZOD ISO 180/1A con un aparato de ensayo del tipo 5102.100/00 de la empresa Zwick.

50 Ensayo de tracción: Los ensayos de tracción se prepararon y se llevaron a cabo según la norma EN ISO 527-1. Se utilizó un aparato de ensayo del tipo BT1-FB010TH.D30 de la empresa Zwick.

Determinación óptica de los dominios: Como dispositivos de análisis se utilizaron un escáner Epson V850 Pro y un microscopio electrónico de barrido (SEM) JEOL SM IT300.

55 Temperatura de transición vítrea [T<sub>g</sub>]: Los análisis térmicos se realizaron según la norma DIN EN ISO 11357. Se utilizó el aparato DSC1 de Mettler Toledo y la evaluación se realizó mediante el programa informático Stare 10.0. En el caso de muestras de polímeros parcialmente cristalinos, la influencia del historial térmico solo se elimina cuando se funde toda la muestra; por lo tanto, para determinar la T<sub>g</sub> es necesaria un segundo ciclo de calentamiento para obtener resultados reproducibles a la velocidad de calentamiento y de enfriamiento definida. Preferentemente se deberá operar con una velocidad de calentamiento uniforme de 10 K/min a T<sub>g</sub>+50°C y una velocidad de enfriamiento de 20 K/min a T<sub>g</sub>-50°C. La temperatura de transición vítrea es la temperatura de la muestra a la que se alcanza la mitad del cambio en la capacidad calorífica específica [0,5 □ c<sub>p</sub>]. Es la temperatura de la intersección de la línea central entre las líneas de base extrapoladas antes y después de la transición vítrea con la curva de medición.

65 Determinación del peso molecular: M<sub>w</sub> representa el peso molecular promedio en peso y M<sub>n</sub> el peso molecular promedio en número. Los pesos moleculares M<sub>w</sub> y M<sub>n</sub> se determinan mediante HT-GPC [cromatografía de permeación en gel a alta temperatura] tal como se describe en la norma DIN 55 672. En concreto, la HT-GPC analítica se lleva a

5 cabo mediante un horno PL220 (Agilent, Waldbronn) con una bomba isocrática asociada a 150°C. Como fase móvil se utilizó 1,2,4-triclorobenceno (TCB) (Merck, Darmstadt) al que se ha añadido ~1 g/l de butilhidroxitolueno (BHT) a un caudal de 1 ml/min y como fase estacionaria una PLgel Olexis Guard de Agilent (50 × 7,5 mm, precolumna) y tres columnas PLgel Olexis de Agilent (300 × 7,5 mm). La detección se realizó mediante un detector de infrarrojos (modelo IR4, PolymerChar, Valencia, España). Los conjuntos de datos se evaluaron por medio de una calibración de poliestireno (EasiCal PS-1, Agilent) utilizando el programa informático WinGPC (Polymer Standards Service, Maguncia). La polidispersidad (Mw/Mn), también conocida como distribución de peso molecular, se obtiene dividiendo el peso molecular promedio en peso por el peso molecular promedio en número.

10 Viscosidad a 190°C: La viscosidad a 190°C se determina mediante mediciones con un viscosímetro de rotación de forma análoga a la norma DIN 53 019. Las mediciones se llevan a cabo con el viscosímetro de placa cónica CAP 2000+ de la empresa Brookfield con una velocidad de cizallamiento dependiente de la viscosidad de forma análoga a la tabla a siguiente:

15 Tabla a:

Cono	Velocidad de cizallamiento	Eta (al 10% de utilización del par)	Eta (al 100% de utilización del par)
07	10 s <sup>-1</sup>	6.300 mPas	63.000 mPas
08	10 s <sup>-1</sup>	25.000 mPas	250.000 mPas
07	30 s <sup>-1</sup>	2.100 mPas	21.000 mPas

Se utilizó una muestra normal newtoniana de 500.000 BW para la calibración del viscosímetro Brookfield. Esta se obtuvo del Zentrum für Messen und Kalibrieren & Analytik GmbH y se emitió con un certificado de calibración asociado. La calibración del dispositivo se realiza únicamente en caso de cambios de aceite DKD, por medio de aceite DKD de la empresa ZMK & ANALYTIK GmbH. Esto se lleva a cabo con el cono 7. En primer lugar, se realiza una medición inicial del aceite DKD nuevo. A continuación comienza la calibración del dispositivo. La muestra normal newtoniana se pesa directamente sobre el husillo. Para ello este se coloca boca abajo en un matraz Erlenmeyer de 100 ml y se pesa la cantidad adecuada. Después, el husillo se cuelga del viscosímetro y se baja. Después de mantener el precalentamiento durante al menos 3 minutos, se presiona Spindel en el panel de control y se confirma con Enter. Aparece la pregunta Calibrate YES / NO. Con Yes se lleva al modo de calibración. A continuación se introducen y se confirman la temperatura deseada y la viscosidad dinámica (véase el certificado de calibración vigente) del fluido. Cabe señalar a este respecto que los datos de viscosidad se introducen en cP (cP = mPas). En la pregunta SPEED, se introduce 10 s<sup>-1</sup> y se confirma con Enter. A continuación se inicia la calibración con Run. Después de la calibración, se presiona Enter para almacenar el valor de calibración.

Índice de fluidez en estado fundido (MFI): El MFI de 2,16 kg a 230°C y 2,16 kg a 190°C se determinó según la norma ISO 1133-1:2011 en el dispositivo MFlow de la empresa Zwick. El caudal máscico de la masa fundida (MFR) y el caudal volumétrico de la masa fundida (MVR) se determinan mediante extrusión de un material fundido del cilindro de un plastómetro a través de una herramienta de extrusión de longitud establecida y diámetro establecido en las condiciones indicadas de temperatura y carga aplicada. Si los valores de MFI son superiores a 1.000 a una temperatura de 190°C con una carga de 2,16 kg, la temperatura de medición debe reducirse a 140°C para obtener valores de medición más fiables (MFI 2,16 a 140°C).

40 Para medir el MFR (Procedimiento A), se pesan secciones extruidas en tiempos determinados y se utilizan para calcular la velocidad de extrusión, en g/10 min.

45 Para medir MVR (Procedimiento B), se registra la distancia recorrida por el pistón en un tiempo específico, o el tiempo requerido para que el pistón recorra una distancia específica, y se utiliza para el cálculo de la velocidad de extrusión, en cm<sup>3</sup>/10 min.

El MVR se puede convertir en el MFR, o viceversa, si se conoce la densidad de la masa fundida del material a la temperatura de ensayo.

50 Isotacticidad:

La composición del polímero y la isotacticidad [% de la pentada mmmm] se determinan por medio de RMN de <sup>13</sup>C a alta temperatura tal como se describe en las publicaciones siguientes:

55 A. Zambelli et al: Macromolecules, 8, 687 (1975) y A. Filho, G. Galland: J. Appl. Polym. Sci., 80, 1880 (2001).

#### Ejemplos:

**Materiales empleados:**

Polipropileno	RB307MO	Borealis AG
Polipropileno	HF955MO	Borealis AG
Material reciclado de polipropileno	procyclen® PP 10 M10 C09	ALBA Recycling GmbH
Material reciclado de polietileno	recythen® HDPE	ALBA Recycling GmbH
Polietileno	BorPure™ MB5568	Borealis AG
Polietileno	BB2581	Borealis AG
APAO	VESTOPLAST® 888	Evonik Resource Efficiency GmbH
APAO	VESTOPLAST® 704	Evonik Resource Efficiency GmbH
Copolímero de bloque	INFUSE™ 9807	The Dow Chemical Company
Polipropileno	L-MODU™ S600	Idemitsu Kosan Co., Ltd.
Copolímero PE/PP poco cristalino	LICOENE® PP2602	Clariant AG

Tabla B Parámetros de algunos materiales de entrada

5

Aditivo	Mw/Mn	MFI 2,16 a 190°C [g/10 min]	MFI 2,16 kg a 140°C [g/10 min]	Tg [°C]	Viscosidad a 190 °C [mPas]
VESTOPLAST® 888	6,8	129	n.m.	-23	~ 90.000
VESTOPLAST® 704	5,9	>1.000	930	-28	~ 4.000
INFUSE™ 9807	2,1	15	n.m.	-62	>1.000.000
L-MODU™ S600	1,9	173	44	-10	~ 40.000
LICOENE® PP2602	1,8	>1.000	1300	-9	~ 2.500

Tabla c: Parámetros de algunos materiales de entrada (datos del fabricante)

Polímero	MFI 2,16 a 190°C [g/10 min]	MFI 2,16 kg a 230°C [g/10 min]
RB307MO	-	1,5
HF955MO	-	20,0
BorPure™ MB5568	0,8	-
BB2581	0,3	-
procyclen® PP 10 M10 C09	-	10,0
recythen® HDPE	-	-

10 **Ejemplo 1:**

Se prepararon mezclas de gránulos utilizando las materias primas y las cantidades que se muestran en la tabla 1. El mezclado se realizó manualmente añadiendo todos los ingredientes a una bolsa de PE, cuyo contenido se introdujo después en el embudo de un sistema de dosificación gravimétrica. A continuación se procesó la mezcla de gránulos en una extrusora (Leistritz ZSE 27 MAXXX 44LD) a 210°C y una velocidad de 300 rpm para obtener gránulos mixtos.

15

Tabla 1 Materias primas y cantidades utilizadas (en % en peso) para producir las mezclas de gránulos

Ejemplo	PP	PE	APAO
1,1	65% de HF955MO	35% de BB2581	-
1,2	61% de HF955MO	33% de BB2581	6% de VESTOPLAST® 888
1,3	61% de HF955MO	33% de BB2581	6% de VESTOPLAST® 704

## ES 2 989 267 T3

Ejemplo	PP	PE	APAO
1,4	61% de HF955MO	33% de BB2581	6% de L-MODU™ S600
1,5	61% de HF955MO	33% de BB2581	6% de LICOCENE® PP2602
1,6	61% de HF955MO	33% de BB2581	6% de INFUSE™ 9807
1,7	65% de HF955MO	35% de BorPure™ MB5568	-
1,8	61% de HF955MO	31% de BorPure™ MB5568	6% de VESTOPLAST® 888
1,9	65% de RB307MO	35% de BB2581	-
1,10	61% de RB307MO	33% de BB2581	6% de VESTOPLAST® 888
1,11	65% de RB307MO	35% de BorPure™ MB5568	-
1,12	61% de RB307MO	33% de BorPure™ MB5568	6% de VESTOPLAST® 888
1,13	67% de RB307MO	33% de BorPure™ MB5568	
1,14	63% de RB307MO	31% de BorPure™ MB5568	6% de VESTOPLAST® 888

A partir de estos gránulos mixtos se fabricaron a continuación cuerpos de ensayo de tracción (mancuernas de ensayo de tracción) según la norma DIN EN ISO 527-2 en una máquina de moldeo por inyección (Engel ES200/50HL) a una temperatura de inyección de 230°C, una presión de inyección de 600 bar y un tiempo de ciclo de 45 segundos.

5 La mitad de las mancuernas de ensayo de tracción se utilizaron para determinar la resistencia al impacto entallada (KSZ) según la norma IZOD ISO 180/1A, la otra mitad para ensayos de tracción según la norma EN ISO 527-1. Los resultados de los ensayos se pueden encontrar en la tabla 2. En la misma, significan:  $E_T$  = módulo de tracción,  $\sigma_M$  = resistencia a la tracción,  $\sigma_Y$  = tensión de fluencia,  $\epsilon_Y$  = alargamiento de fluencia,  $\epsilon_{tB}$  = alargamiento nominal a la rotura y  $\epsilon_B$  = alargamiento a la rotura.

Tabla 2 Resultados de los ensayos

Ejemplo	KSZ	Ensayo de tracción según la norma EN ISO 527-1					
	[kJ/m <sup>2</sup> ]	$E_T$ [MPa]	$\sigma_M$ [MPa]	$\sigma_Y$ [MPa]	$\epsilon_Y$ [%]	$\epsilon_{tB}$ [%]	$\epsilon_B$ [%]
1,1	2,63	926	35,6		7,2	8,8	7,2
1,2	1,51	848	29,6				5,3
1,3	1,54	825	29,2				4,5
1,4	1,87	876	32,8				6,5
1,5	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.
1,6	6,06	840	30,6	30,6	6,8	9	6,7
1,7	3,60	889	36,3	36,3	7,4	11	
1,8	2,34	774	30,5				6,2
1,9	13,03	602	25,9	25,9	12,0	160	
1,10	14,46	525	23,3	23,2	13,0	280	
1,11	13,62	585	25,4	25,4	12,0	150	
1,12	24,37	505	22,7	22,8	13,0	270	
1,13	13,60		25,0			100	
1,14	24,90		22,1			186	

n.m.: no medido

15 Como puede observarse en las tablas 1 y 2, mediante la adición de APAO como aditivos a mezclas de gránulos de PE/PP, se pueden obtener gránulos mixtos a partir de los cuales se pueden moldear por inyección cuerpos moldeados que presentan un comportamiento de alargamiento significativamente mejor (mayor) así como una mejor (mayor) resistencia al impacto con resistencias a la tracción solo ligeramente reducidas. Esto se aplica especialmente a aquellas mezclas que, además de la APAO, contienen al menos otro componente de poliolefina amorfo o al menos parcialmente cristalino.

### Ejemplo 2:

Las muestras de ensayo de los ejemplos 1.11 y 1.12 se enfriaron en nitrógeno líquido y se fracturaron en cada caso de forma longitudinal y transversal, se pulverizaron con paladio y después se examinaron por SEM. En las figuras (figura 1 y figura 2) se muestran las micrografías.

5

En las muestras según los ejemplos 1.11 y 1.12, se pueden observar en las imágenes un mayor número de dominios más pequeños, que tienen un efecto más homogéneo en la figura 2. Por lo tanto, parece que la unión se mejora, lo que también se demuestra mediante las mejores propiedades mecánicas del ejemplo 1.12 (tabla 2).

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Mezcla que contiene al menos dos poliolefinas diferentes, caracterizada por que contiene como constituyente adicional una polialfa-olefina amorfa, que está basada en los monómeros eteno, propeno y 1-buteno y cuya viscosidad a 190°C medida según el procedimiento especificado en la descripción es de 200 mPa\*s a 200.000 mPa\*s, conteniendo la mezcla, como al menos dos poliolefinas diferentes, polietileno y polipropileno, y en la que el polietileno presenta un índice de fluidez en estado fundido [MFI 2,16 kg a 190 °C] determinado según el procedimiento ISO 1133 especificado en la descripción inferior a 10 g/10 min, preferentemente de 0,01 a 2 g/10 min, y el polipropileno presenta un índice de fluidez en estado fundido [MFI 2,16 kg a 230 °C] determinado según el procedimiento especificado en la descripción inferior a 50 g/10 min, preferentemente de 0,01 a 25 g/10 min.
- 10 2. Mezcla según la reivindicación 1, caracterizada por que al menos una de las dos poliolefinas diferentes es al menos parcialmente, preferentemente completamente, un material reciclado.
- 15 3. Mezcla según la reivindicación 1 o 2, caracterizada por que la proporción de polialfa-olefina amorfa es del 1% al 25%, preferentemente del 2% al 15%, de forma particularmente preferida del 3% al 10% en peso y de forma muy particularmente preferida del 5% al 7,5% en peso, con respecto a la masa total de la mezcla.
- 20 4. Mezcla según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que la proporción de poliolefina minoritaria en la mezcla es del 1% al 45% en peso, preferentemente del 2% al 30% en peso y de forma particularmente preferida del 5% al 20% en peso y la proporción de poliolefina mayoritaria en la mezcla es del 55 al 99% en peso, preferentemente del 70 al 98% en peso y de forma particularmente preferida del 80 al 95% en peso, con respecto a la masa total de las, al menos dos, poliolefinas diferentes.
- 25 5. Mezcla según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que la polialfa-olefina amorfa presenta una polidispersidad de 5 a 10 y/o, preferentemente y, una temperatura de transición vítrea de -45°C a -25°C, en cada caso determinada según el procedimiento de medición especificado en la descripción.
- 30 6. Mezcla según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada por que la polialfa-olefina amorfa presenta un índice de fluidez en estado fundido [MFI 2,16 kg a 140°C] de 40 a 10.000 determinado según el procedimiento de medición especificado en la descripción.
- 35 7. Mezcla según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada por que la polialfa-olefina amorfa está basada en los monómeros etileno, propileno y 1-buteno, siendo la proporción de los monómeros propileno o 1-buteno superior al 50% en peso y la proporción de la suma de los monómeros restantes etileno y 1-buteno o, respectivamente, etileno y propeno en cada caso inferior al 50% en peso, con respecto en cada caso a la suma de las proporciones molares de etileno, propileno y 1-buteno.
- 40 8. Mezcla según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada por que la polialfa-olefina amorfa presenta isotacticidades de los bloques de 1-buteno o, respectivamente, propeno inferiores al 80% de la pentada mmmm determinadas según el procedimiento de medición especificado en la descripción.
- 45 9. Procedimiento de producción de mezclas según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que los constituyentes se mezclan.
- 50 10. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por que los constituyentes se usan y se mezclan en forma de polvo o gránulos.
- 55 11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado por que la mixtura de gránulos se extruye para proporcionar gránulos mixtos.
12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, caracterizado por que contiene una etapa que comprende la producción de envases, películas, piezas moldeadas por inyección, tubos, mangueras, fibras, textiles, botellas, carcasas de plástico, compuestos de mezclas maestras para mejorar la dispersión de pigmentos, plásticos para construcción en el sector de la automoción o del transporte.
- 60 13. Uso de una mezcla según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 como, o para la producción de, envases, películas, piezas moldeadas por inyección, tubos, mangueras, fibras, textiles, botellas, carcasas de plástico, compuestos de mezclas maestras para mejorar la dispersión de pigmentos, plásticos para construcción en el sector de la automoción o del transporte.

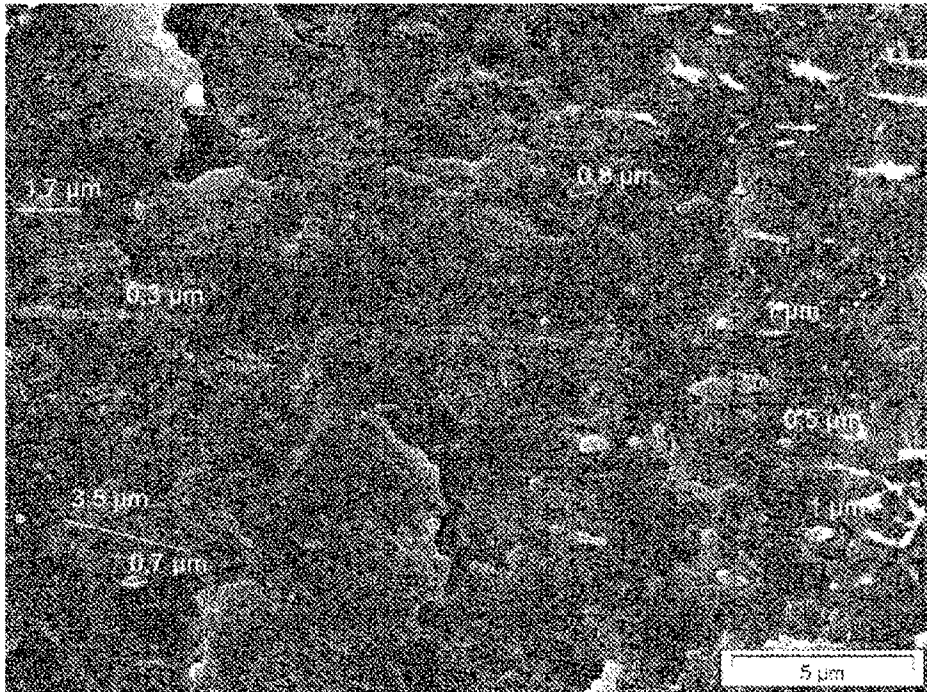


Fig. 1

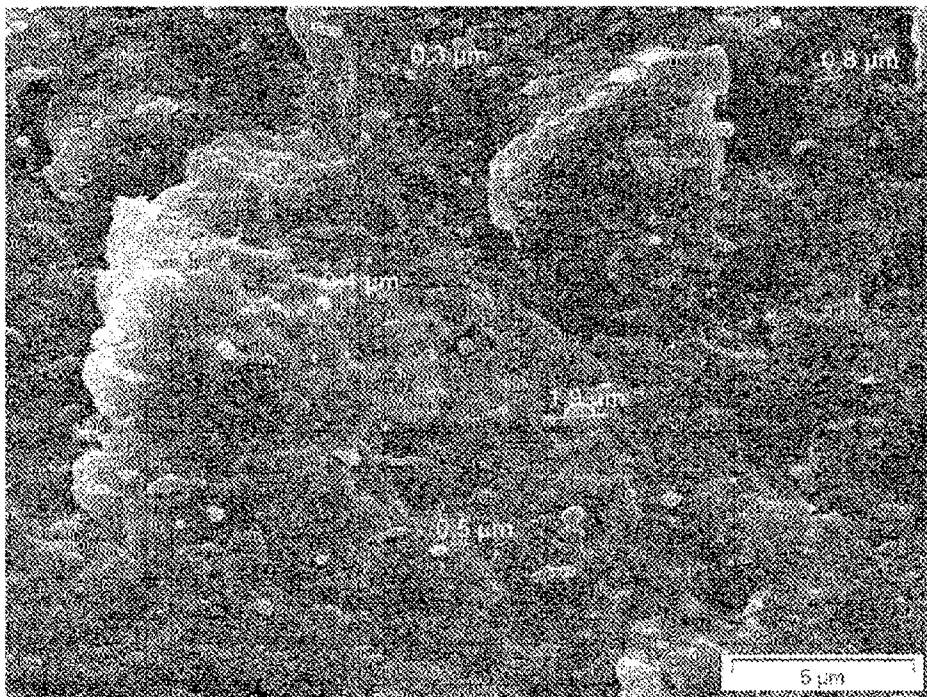


Fig. 2