

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 625 403**

51 Int. Cl.:

C08L 23/10 (2006.01)

C08L 23/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.09.2013** **PCT/EP2013/069292**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.03.2014** **WO14044680**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.09.2013** **E 13765992 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.02.2017** **EP 2898016**

54 Título: **Proceso para la preparación de una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco**

30 Prioridad:

19.09.2012 EP 12006582

19.09.2012 EP 12006583

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

19.07.2017

73 Titular/es:

SAUDI BASIC INDUSTRIES CORPORATION
(100.0%)

P.O. Box 5101
Riyadh 11422, SA

72 Inventor/es:

HERKLOTS, MARC;
STEENBAKKERS-MENTING, HENRICA
NORBERTA ALBERTAMARIA y
VAN DER VEN, MAUD CORRINA WILLIE

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 625 403 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

Proceso para la preparación de una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco

5 La invención se refiere a un proceso para la preparación de una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco, una composición obtenida u obtenible mediante dicho proceso y al uso de dicha composición.

10 El copolímero de propileno heterofásico, también conocido como copolímeros de propileno de impacto o copolímeros de bloque de propileno, es una clase importante de polímeros debido a su atractiva combinación de propiedades mecánicas, tales como resistencia al impacto en un amplio intervalo de temperaturas y su bajo coste. Estos copolímeros encuentran una amplia gama de aplicaciones que van desde la industria de consumo (por ejemplo embalaje y electrodomésticos), pasando por la industria automovilística hasta las aplicaciones eléctricas.

15 En la industria, existe una búsqueda continua de métodos para modificar la reología de las poliolefinas en fase líquida, en particular para reducir su viscosidad. La reducción de la viscosidad también se describe a menudo como "viscorreducción", "desplazamiento del intervalo de fusión", "modificación de la reología" o "control de la reología". Se sabe que se pueden usar peróxidos (orgánicos) para reducir la viscosidad. Existen diferentes maneras por las cuales los peróxidos (orgánicos) se comportan en procesos de degradación convencionales cuando se calientan y se funden. Por un lado, en ciertas condiciones del proceso, los peróxidos se descomponen inicialmente para producir radicales libres, los cuales a continuación extraen hidrógeno de un carbono terciario de la cadena principal de polipropileno para formar radicales libres en el polímero y los cuales además se recombinan. Por otra parte, los peróxidos inician una rotura de las cadenas más largas de las moléculas poliméricas y, posteriormente, esto da como resultado una disminución de la viscosidad del polímero, un aumento en el caudal de masa fundida y una distribución más estrecha del peso molecular, características que son directamente responsables de mejorar las propiedades de flujo del polipropileno para hacer el producto más adecuado para ciertas aplicaciones.

20 Se conoce la adición de peróxidos al copolímero de propileno heterofásico para obtener copolímeros de propileno de impacto que tienen un índice de fluidez más alto. Esto permite, por ejemplo, obtener varios copolímeros de propileno de impacto con diferentes índices de fluidez a partir de un mismo grado de base.

Un ejemplo de tal proceso de "desplazamiento del intervalo de fusión" se describe en el documento US2005/0277742A2. El documento US2005/0277742A1 divulga un proceso para preparar un copolímero de propileno heterofásico de reología controlada degradando un polipropileno con un peróxido de dialquilo lineal que tiene una cadena principal que contiene al menos 6 átomos de carbono y un enlace doble o triple que comprende las etapas de: o

- 35 (a) polimerizar en un reactor un copolímero de polipropileno heterofásico;
- 40 (b) extruir el copolímero de polipropileno heterofásico de la etapa (a), teniendo dicho peróxido de dialquilo lineal una cadena principal que contiene al menos 6 átomos de carbono y un enlace doble o triple, y opcionalmente con una o más cargas, en un extrusor, a una temperatura suficiente para mantener el copolímero en estado fundido; o
- 45 (c) extruir un (co)polímero de polipropileno, teniendo dicho peróxido de dialquilo lineal una cadena principal que contiene al menos 6 átomos de carbono y un enlace doble o triple, opcionalmente con uno o más modificadores elastoméricos y/o uno o más materiales de carga, en un extrusor, a una temperatura suficiente para mantener el copolímero en estado fundido.

El documento EP1607440A1 describe una composición de polipropileno que comprende:

- 50 A) 70-90 partes en peso de un copolímero de propileno heterofásico que comprende 60-90% en peso de una fase de matriz que comprende un homopolímero de propileno que tiene una isotacticidad $IR_T \geq 0,970$ y 10-40% en peso de un copolímero elastomérico que comprende 20-55% en peso de etileno y 80-45% en peso de una o más α -olefinas C_3-C_8 ,
- 55 B) 1-30 partes en peso de un copolímero elastomérico adicional que comprende un elastómero de etileno- α -olefina con más de 65% en peso de etileno y hasta 35% en peso de una o más α -olefinas C_3-C_8 , donde una fase dispersa comprende los copolímeros elastoméricos, y
- C) 3-25 partes en peso de una carga inorgánica,
- donde la composición de polipropileno tiene
- una resistencia al impacto con entalla Charpy de acuerdo con ISO 179/1eA a +23 °C $\geq 55,0 \text{ kJ/m}^2$
 - una resistencia al impacto con entalla Charpy de acuerdo con ISO 179/1eA a -20 °C $\geq 7,0 \text{ kJ/m}^2$
 - un módulo de elasticidad a la tracción de acuerdo con ISO 527-3 $\geq 1200 \text{ MPa}$
- 60

- una elasticidad (alargamiento de rotura) de acuerdo con ISO 527-3 $\geq 80\%$ y
- una longitud de fallo promedio (AFL) ≤ 10 mm, que se determina moldeando por inyección la composición en una muestra de prueba que tiene las dimensiones de 150 x 80 x 2 mm, creando defectos superficiales dirigiendo un chorro de agua (76 bar; 60 °C, boquilla de pulverización plana ¼ PMEG 2506) desde una distancia de 8 cm (desde la boquilla hasta la superficie de la muestra) en la superficie de la muestra en tres posiciones diferentes a una distancia de 6 cm desde cada posición y cada una durante 60 s, midiendo la longitud de cada defecto superficial y calculando el valor promedio de las tres posiciones.

Para aumentar la rigidez del copolímero de propileno heterofásico, se puede añadir talco como carga. Sin embargo, cuando la rigidez del copolímero de propileno heterofásico se incrementa con talco, se necesita más peróxido para obtener el mismo aumento en el índice fusión de un copolímero de propileno heterofásico en comparación a cuando el talco no está presente en el copolímero de propileno heterofásico. No es deseable utilizar cantidades elevadas de peróxidos, ya que altas cantidades de productos de degradación de peróxido típicos, por ejemplo metano o acetona, pueden conducir a problemas de seguridad durante el proceso de fabricación. Además, el uso de altas cantidades de peróxidos se añade al coste del polipropileno heterofásico, que no es deseado desde un punto de vista económico. Por último, pero no menos importante, el uso de altas cantidades de peróxidos conduce a altas cantidades de productos de degradación de peróxidos e impurezas en el polímero final. Estos productos de degradación de peróxido pueden liberarse durante la vida útil de la composición de copolímero de propileno heterofásico, lo cual no es deseado, ya que pueden producir olores desagradables y puede afectar a las propiedades organolépticas. También, altas cantidades de productos de degradación de peróxido hacen que el copolímero de propileno heterofásico no sea adecuado para aplicaciones de contacto con alimentos.

Por lo tanto, es un objeto de la invención es proporcionar una composición de polipropileno heterofásico que combine una alta rigidez con una alta fluidez y una buena resistencia al impacto, pero que no contenga una alta cantidad de productos de degradación de peróxido.

Este objeto se consigue mediante un proceso para la preparación de una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco, donde el copolímero de propileno heterofásico consiste en

- una matriz a base de propileno donde la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70% en masa de propileno y hasta 30% en masa de etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno
- donde la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total
- y
- un copolímero de etileno- α -olefina disperso.

donde el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y donde la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100% en peso,

donde la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C), donde al menos una parte del talco tiene su superficie modificada y donde la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente 0,5 a como máximo 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

que comprende la etapa de

- mezclar en estado fundido el copolímero de propileno heterofásico con el talco y un peróxido, donde la cantidad de peróxido se selecciona de manera que se obtiene una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, y talco que tiene el índice de fluidez deseado,

donde la α -olefina en el copolímero de propileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen 2 o 4-10 átomos de carbono, donde la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- α -olefina está en el intervalo de 20-65% en peso basado en el copolímero de etileno- α -olefina y donde la α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de los mismos, donde al menos 80% en peso del talco en la composición tiene su superficie modificada, y donde el talco que tiene su superficie modificada es un talco que está modificado en su superficie con una sustancia polar seleccionada del grupo de glicoles, silanos y aminas.

Se ha encontrado que con el proceso de la presente invención se puede preparar una composición de polipropileno heterofásico que combina las propiedades favorables de una alta rigidez, una buena resistencia al impacto y una fluidez elevada con una cantidad disminuida de productos de degradación de peróxido. Además, el proceso de la invención es un proceso fácil y rentable. Además, la composición de polipropileno heterofásico así preparada puede

Para el propósito de la presente invención, la rigidez se determina midiendo el módulo de flexión de acuerdo con la norma ASTM D790-10.

Para el propósito de la presente invención, la resistencia al impacto se determina midiendo la resistencia al impacto Izod a 23 °C según la norma ISO 180 4A.

Para el propósito de la presente invención, la fluidez se determina midiendo el índice de fluidez o índice de fusión de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C).

Los copolímeros de propileno heterofásico se preparan generalmente en uno o más reactores, por polimerización de propileno en presencia de un catalizador y posterior polimerización de una mezcla de propileno- α -olefina. Los materiales poliméricos resultantes son heterofásicos, pero la morfología específica depende habitualmente del método de preparación y de la relación de monómeros.

Los copolímeros de propileno heterofásicos empleados en el proceso de acuerdo con la presente invención se pueden producir utilizando cualquier técnica convencional conocida por el experto en la materia, por ejemplo polimerización en etapas múltiples, tal como la polimerización en masa, polimerización en fase gaseosa, polimerización en suspensión, polimerización en solución o cualquier combinación de las mismas. Se puede utilizar cualquier sistema catalizador convencional, por ejemplo, Ziegler-Natta o metaloceno. Tales técnicas y catalizadores se describen, por ejemplo, en el documento WO06/010414; Polypropylene and other Polyolefins, Ser van der Ven, Studies in Polymer Science 7, Elsevier 1990; documentos WO06/010414, US4399054 y US4472524.

El copolímero de propileno heterofásico de la composición de la invención consiste en una matriz a base de propileno y un copolímero de etileno- α -olefina disperso.

La matriz a base de propileno típicamente forma la fase continua en el copolímero de propileno heterofásico.

La matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70% en masa de propileno y hasta 30% en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, consistente en, por ejemplo, en al menos 80% en masa de propileno y hasta 20% en masa de α -olefina, por ejemplo consistente en al menos 90% en masa de propileno y hasta 10% en masa de α -olefina, basado en la masa total de la matriz a base de propileno.

Preferiblemente, la α -olefina en el copolímero de propileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tiene 2 o 4 -10 átomos de carbono y es preferiblemente etileno.

Preferiblemente, la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno,

El índice de fluidez (MFI) de la matriz a base de propileno (antes de ser mezclada en la composición de la invención) puede estar en el intervalo de, por ejemplo, de 0,3 a 200 grados/min, por ejemplo de 0,3 a 80 grados medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C), por ejemplo en el intervalo de 3 a 70, por ejemplo en el intervalo de 10 a 60 grados/min, por ejemplo en el intervalo de 15 a 40 grados/min.

La matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95% en peso, por ejemplo de 65 a 85% en peso, por ejemplo de 70 a 85% en peso, por ejemplo de 70 a 80% en peso, por ejemplo de 65 a 75% en peso o de 75 a 85% basado en el copolímero de propileno heterofásico total.

La matriz a base de propileno es preferiblemente semicristalina, es decir, no es 100% amorfa, ni es 100% cristalina. Por ejemplo, la matriz a base de propileno es al menos un 40% cristalina, por ejemplo al menos un 50%, por ejemplo al menos un 60% cristalina y/o por lo menos un 80% cristalina, por ejemplo al menos 70% cristalina. Por ejemplo, la matriz a base de propileno tiene una cristalinidad de 60 a 70%. Para el propósito de la invención, el grado de cristalinidad de la matriz a base de propileno se mide usando la calorimetría de barrido diferencial de acuerdo con la norma ISO11357-1 e ISO11357-3 de 1997, usando una velocidad de exploración de 10 °C/min, una muestra de 5 mg y la segunda curva de calentamiento usando como patrón teórico para un material cristalino al 100% 207,1 J/g.

Además de la matriz a base de propileno, el copolímero de propileno heterofásico también consiste en un copolímero de etileno- α -olefina disperso. El copolímero de etileno- α -olefina disperso también se denomina en la presente memoria como la "fase dispersa". La fase dispersa está embebida en el copolímero de propileno heterofásico en una forma discontinua. El tamaño de partícula de la fase dispersa está generalmente en el intervalo de 0,5 a 10 micrómetros, como puede determinarse por microscopía electrónica de transmisión (TEM).

El MFI del copolímero de etileno- α -olefina disperso (antes de ser mezclado en la composición de la invención) puede estar por ejemplo en el intervalo de 0,001 a 10 grados/min (medido según la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C)), preferiblemente en el intervalo de 0,006 a 5 grados/min.

5 El copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5% en peso, por ejemplo en una cantidad de 35 a 15% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total, por ejemplo en una cantidad de al menos 20% en peso y/o por ejemplo en una cantidad de como máximo 30% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total.

10 Preferiblemente, la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- α -olefina está en el intervalo de 20-65% en peso, por ejemplo en el intervalo de 40 a 60% en peso basado en el copolímero de etileno- α -olefina, por ejemplo la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- α -olefina es al menos 30% en peso y/o por ejemplo como máximo 55% en peso basado en el copolímero de etileno- α -olefina.

15 En el polipropileno heterofásico en la composición de la invención, la suma del peso total de la matriz a base de propileno y el peso total del copolímero de etileno- α -olefina disperso es de 100% en peso.

La α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina se elige preferiblemente entre el grupo de α -olefinas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas, preferiblemente la α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen de 3 a 4 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas, más preferiblemente la α -olefina es propileno, en cuyo caso el copolímero de etileno- α -olefina es un copolímero de etileno-propileno. Ejemplos de α -olefinas adecuadas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono, que pueden emplearse como comonómeros de etileno para formar el copolímero de etileno- α -olefina, incluyen pero no se limitan a propileno, 1-buteno, 1-penteno, 4-metil-1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno y 1-octeno.

25 El proceso de la invención comprende la etapa de
(a) mezclar en estado fundido el copolímero de propileno heterofásico con el talco y un peróxido.

30 Por mezcla en estado fundido se entiende que el talco y el peróxido se mezclan con el copolímero de propileno heterofásico a una temperatura que excede el punto de fusión del copolímero de propileno heterofásico. La mezcla en estado fundido puede hacerse utilizando técnicas conocidas por el experto en la materia, por ejemplo en un extrusor. Generalmente, en el proceso de la invención, la mezcla en estado fundido se realiza a una temperatura en el intervalo de 20-300 °C.

35 Las condiciones adecuadas para la mezcla en estado fundido, tales como la temperatura, la presión, la cantidad de cizallamiento, la velocidad del tornillo y el diseño del tornillo cuando se utiliza un extrusor, son conocidas por el experto en la materia.

40 Cuando se usa un extrusor, se puede usar un extrusor convencional tal como un extrusor de doble husillo. La temperatura puede variar a través de las diferentes zonas del extrusor según se requiera. Por ejemplo, la temperatura puede variar desde 180 °C en la zona de alimentación hasta 300 °C en la matriz. Preferiblemente, la temperatura en el extrusor varía desde 200 hasta 265 °C; temperaturas más bajas pueden impedir las reacciones entre el peróxido y un co-agente opcional, por ejemplo monómeros polifuncionales, tales como BDDMA y, como consecuencia, no se pueden obtener composiciones con el índice de fluidez deseado; temperaturas demasiado elevadas pueden inducir procesos de degradación no deseados, que pueden, por ejemplo, dar como resultado composiciones que tienen malas propiedades mecánicas. Igualmente, se puede variar la velocidad del tornillo del extrusor según sea necesario. La velocidad típica del tornillo está en el intervalo de aproximadamente 100 rpm a aproximadamente 400 rpm.

45 El tiempo de residencia en el extrusor para el copolímero de propileno heterofásico puede ser inferior a 1 minuto, por ejemplo entre 10 y 40 segundos.

El talco es un mineral relativamente abundante, barato, altamente hidrófobo y generalmente no reactivo. Puede clasificarse como un silicato de magnesio hidratado y sus componentes principales pueden representarse, entre otras, por una o más de las fórmulas $(\text{Si}_2\text{O}_5)_2\text{Mg}_3(\text{OH})_2$, $\text{Si}_8\text{Mg}_6\text{O}_{20}(\text{OH})_4$ o $\text{Mg}_{12}\text{Si}_{16}\text{O}_{40}(\text{OH})_8$. Los talcos adecuados para su uso como aditivos a un copolímero de propileno heterofásico están comercialmente disponibles en, por ejemplo, Imerys Luzenac. 'Talco' y 'talcum' se usan indistintamente en la presente memoria.

55 El talco está disponible en varios tamaños de partícula, por ejemplo, los tamaños de partícula de talco se clasifican como 'ultrafinos' (tamaño medio de partícula inferior a 1 μm , por ejemplo un tamaño medio de partícula en el intervalo de 0,5 a 0,9 μm) y 'finos' (tamaño medio de partícula de al menos 1 μm , por ejemplo un tamaño medio de partícula de 1 μm a 5 μm). Preferiblemente, se utilizan partículas de polvo finas o ultrafinas en el proceso de la presente invención.

60 Otras expresiones que se usan comúnmente para el talco con superficie modificada son talco tratado superficialmente o talco recubierto superficialmente. Los talcos con superficie modificada son conocidos por el

experto en la materia y están comercialmente disponibles en, por ejemplo, Imerys Luzenac. Los talcos con superficie modificada se pueden preparar añadiendo un modificador de superficie al talco. La naturaleza y concentración del modificador depende del beneficio deseado en el compuesto de talco final, como la mejora de la unión entre el talco y el polímero o para mejorar la dispersión del talco en el polímero. Ejemplos de modificadores de superficie son silanos, aminas, glicoles, estearatos, sorbatos y titanatos.

Preferiblemente, el talco con superficie modificada es un talco cuya superficie se modifica con una sustancia polar seleccionada del grupo de glicoles, silanos y aminas.

Dependiendo de la rigidez deseada, se puede variar la cantidad de talco utilizada. Por razones prácticas, la cantidad de talco con superficie modificada en la composición de la invención es como máximo 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico. Por ejemplo, la cantidad de talco con superficie modificada en la composición es al menos 1% en peso, por ejemplo al menos 1,5% en peso y/o por ejemplo como máximo 4% en peso, por ejemplo como máximo 3,5% en peso, por ejemplo como máximo 3% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico.

En el proceso de la invención o en la composición de la invención al menos parte del talco está modificado en su superficie, lo que significa que también se pueden usar mezclas de talco con superficie modificada con talco sin modificar en su superficie. Preferiblemente, al menos 80% en peso del talco utilizado en el proceso de la invención o presente en la composición de la invención está modificado en su superficie, más preferiblemente al menos 90% en peso, incluso más preferiblemente al menos 95% en peso, en particular al menos 98%, más en particular al menos 99% en peso, lo más en particular todo el talco utilizado en el proceso de la invención o presente en la composición de la invención está modificado en su superficie. Cuanto mayor sea el % en peso del talco modificado en su superficie basado en el talco usado, menos peróxidos se necesitarán para obtener un cierto índice de fluidez.

Preferiblemente, la composición que se prepara mediante el proceso de la invención tiene un índice de fluidez en estado fundido en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C). Por ejemplo, el índice de fluidez es al menos 1, por ejemplo al menos 5 o por ejemplo al menos 14 grados/min y/o por ejemplo como máximo 200 grados/min, por ejemplo, como máximo 80 grados/min o por ejemplo al menos 20 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C). Preferiblemente, el índice de fluidez en estado fundido de la composición que se prepara mediante el proceso de la invención está en el intervalo de 5 a 80 grados/min, por ejemplo en el intervalo de 14 a 20 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C).

Ejemplos de peróxidos adecuados incluyen peróxidos orgánicos que tienen una semivida de descomposición de menos de 1 minuto a la temperatura promedio del proceso durante la mezcla en estado fundido del copolímero de propileno heterofásico con el talco y el peróxido. Los peróxidos orgánicos adecuados incluyen pero no se limitan a peróxidos de dialquilo, por ejemplo, peróxidos de dicumilo, peroxicetales, peroxicarbonatos, peróxidos de diacetilo, peroxiésteres y peroxidicarbonatos. Ejemplos específicos de éstos incluyen peróxido de benzoílo, peróxido de diclorobenzoílo, peróxido de dicumilo, peróxido de di-terc-butilo, 2,5-dimetil-2,5-di(peroxibenzoato)-3-hexeno, 1,4-bis(terc-butilperoxisopropil)benceno, peróxido de lauroílo, peracetato de terc-butilo, α,α' -bis(terc-butilperoxi)diisopropilbenceno (Luperco® 802), 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)-3-hexeno, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)-hexano, perbenzoato de terc-butilo, perfenilacetato de terc-butilo, per-sec-octoato de terc-butilo, perpivalato de terc-butilo, perpivalato de cumilo, hidroperóxido de cumeno, hidroperóxido de diisopropil benceno, 1,3-bis(t -butilperoxi-isopropil)benceno, peróxido de dicumilo, carbonato de terc-butilperoxi isopropilo y cualquier combinación de los mismos. Preferiblemente, se emplean peróxidos de dialquilo en el proceso de acuerdo con la presente invención. Más preferiblemente, el peróxido es α,α' -bis(terc-butilperoxi)diisopropilbenceno, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)-hexano o 3,6,9-trietil-3,6,9-trimetil-1,4,7-triperoxonano.

Preferiblemente, el peróxido se selecciona del grupo de peróxidos no aromáticos.

Puede ser determinado fácilmente por el experto en la materia mediante la experimentación rutinaria cuánto peróxido debe usarse para obtener una composición que tenga el índice de fluidez deseado. Esto también depende de la vida media del peróxido y de las condiciones utilizadas para la mezcla en estado fundido, lo que a su vez depende de la composición exacta del copolímero de propileno heterofásico. Típicamente, la cantidad de peróxido utilizada estará en el intervalo de 0,02 a 0,5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico.

En una realización especial, la invención se refiere a un proceso de la invención, donde el talco con superficie modificada se prepara mezclando un talco con una sustancia polar, preferiblemente etilen-bis-estearamida. Esto puede hacerse fuera de línea (es decir, antes de mezclar en estado fundido el copolímero de propileno heterofásico con el talco y el peróxido) o el talco con superficie modificada puede prepararse in situ (es decir, añadiendo la sustancia polar junto con el talco en la etapa de mezcla en estado fundido).

Sin pretender limitarse a la teoría, se cree que al mezclar el talco con una sustancia polar, el talco puede ser 'recubierto' in situ.

Ejemplos de las sustancias polares son como se describen en la presente memoria. Preferiblemente, la mezcla de talco se hace con etilen-bis-estearamida (también denominada EBS o EBA).

5 En otro aspecto, la invención se refiere a una composición obtenida u obtenible mediante el proceso de la invención.

Específicamente, la invención se refiere a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco,

donde el copolímero de propileno heterofásico consiste en

10 (a) una matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70% en masa de propileno y hasta 30% en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno

15 donde la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

20 donde el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y donde la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100% en peso,

25 donde la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C)

donde al menos una parte del talco tiene su superficie modificada y donde la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente 0,5 a como máximo 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

30 donde la cantidad de compuestos orgánicos volátiles medida por el valor VOC de acuerdo con la norma VDA278 (30 min, 180 °C) y determinada por cromatografía de gases es menos 1.500 ppm basado en la composición total.

Para el propósito de la invención cuando se hace referencia a la norma VDA278, se hace referencia a la versión de octubre de 2011.

35 Preferiblemente, la cantidad de compuestos orgánicos volátiles (valor VOC) medida por el valor VOC de acuerdo con la norma VDA278 (30 min, 180 °C) y determinada por cromatografía de gases (versión de octubre de 2011) es menos de 1.300 ppm, más preferiblemente menos de 1.000 ppm, por ejemplo menos de 750 ppm, por ejemplo menos de 600 ppm, por ejemplo menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm, basado en la composición total.

40 En otra realización, la invención se refiere a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco,

donde el copolímero de propileno heterofásico consiste en

45 (a) una matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70% en masa de propileno y hasta 30% en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno

50 donde la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

55 donde el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y donde la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100% en peso,

donde la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C),

60 donde al menos una parte del talco tiene su superficie modificada y donde la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente 0,5 a como máximo 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

65 donde la cantidad de compuestos orgánicos volátiles (valor FOG) medida por el valor FOG de acuerdo con la norma VDA278 en el segundo calentamiento (primer calentamiento 30 min a 90 °C, segundo calentamiento 1 hora a 120 °C) es menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 350 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm, por ejemplo menos de 250 ppm, por ejemplo menos de 200 ppm, por ejemplo menos de 150 ppm.

En otro aspecto la invención se refiere a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco,
donde el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70% en masa de propileno y hasta 30% en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

donde el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y donde la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100% en peso,

donde la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C),

donde al menos una parte del talco tiene su superficie modificada y donde la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente 0,5 a como máximo 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

donde la cantidad de butanol emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 100 ppm, por ejemplo menos de 80 ppm, por ejemplo menos de 70 ppm, por ejemplo menos de 60 ppm, por ejemplo menos de 50 ppm, por ejemplo menos de 40 ppm, por ejemplo menos de 30 ppm.

Dicha composición que tiene una cantidad de butanol de menos de 100 ppm, preferiblemente menos de 80 ppm, más preferiblemente menos de 60 ppm, lo más preferiblemente menos de 40 ppm basado en la composición total es especialmente adecuada para su uso en aplicaciones de contacto con alimentos

Por consiguiente, la invención también se refiere al uso de una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco,

donde el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70% en masa de propileno y hasta 30% en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

donde el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y donde la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100% en peso,

donde la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C),

donde al menos una parte del talco tiene su superficie modificada y donde la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente 0,5 a como máximo 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

donde la cantidad de butanol emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 100 ppm, por ejemplo menos de 80 ppm, por ejemplo menos de 70 ppm, por ejemplo menos de 60 ppm, por ejemplo menos de 50 ppm, por ejemplo menos de 40 ppm, por ejemplo menos de 30 ppm en aplicaciones en contacto con alimentos.

En otro aspecto la invención se refiere a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco,

donde el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70% en masa de propileno y hasta 30% en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

donde el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y donde la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100% en peso,

donde la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C),

donde al menos una parte del talco tiene su superficie modificada y donde la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente 0,5 a como máximo 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

donde la cantidad de acetona emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 4 ppm, por ejemplo menos de 3 ppm, por ejemplo menos de 2 ppm, por ejemplo menos de 1 ppm.

En otro aspecto la invención se refiere a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco,

donde el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70% en masa de propileno y hasta 30% en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

donde el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y donde la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100% en peso,

donde la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C),

donde al menos una parte del talco tiene su superficie modificada y donde la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente 0,5 a como máximo 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

donde la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o

donde la cantidad de (hidroximetil)acetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm.

La invención se refiere también a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco, donde el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70% en masa de propileno y hasta 30% en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno

donde la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

donde el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y donde la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100% en peso,

donde la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C),

donde al menos una parte del talco tiene su superficie modificada y donde la cantidad de talco en la composición es de al menos 0,5 a como máximo 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico, donde al menos

80% en peso del talco en la composición tiene su superficie modificada, donde el talco que tiene su superficie modificada es un talco que está modificado en su superficie con una sustancia polar seleccionada del grupo de glicoles, silanos y aminas, y

donde la cantidad de compuestos orgánicos volátiles medida por el valor VOC de acuerdo con la norma VDA278 (30 min, 180 °C) y determinada por cromatografía de gases es menos de 1.500 ppm, preferiblemente menos de 1.300 ppm, más preferiblemente menos de 1.000 ppm, por ejemplo menos de 750 ppm, por ejemplo menos de 600 ppm, por ejemplo menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm basado en la composición total y/o

donde la cantidad de butanol emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 100 ppm, por ejemplo menos de 80 ppm, por ejemplo menos de 70 ppm, por ejemplo menos de 60 ppm, por ejemplo menos de 50 ppm, por ejemplo menos de 40 ppm, por ejemplo menos de 30 ppm y/o

donde la cantidad de acetona emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 4 ppm, por ejemplo menos de 3 ppm, por ejemplo menos de 2 ppm, por ejemplo menos de 1 ppm y/o

donde la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o

donde la cantidad de diacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 90, por ejemplo menos de 80, por ejemplo menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm,

preferiblemente donde la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o donde la cantidad de diacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 90, por ejemplo menos de 80, por ejemplo menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm.

Más en particular, la invención se refiere a una composición obtenida u obtenible mediante el proceso de la invención y donde la cantidad de compuestos orgánicos volátiles medida por el valor VOC de acuerdo con la norma VDA278 (30 min, 180 °C) y determinada por cromatografía de gases es menos de 1.500 ppm, preferiblemente menos de 1.300 ppm, más preferiblemente menos de 1.000 ppm, por ejemplo menos de 750 ppm, por ejemplo menos de 600 ppm, por ejemplo menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm, basado en la composición total y/o donde la cantidad de compuestos volátiles (valor FOG) medida por el valor FOG de acuerdo con la norma VDA278 en el segundo calentamiento (primer calentamiento 30 min a 90 °C, seguido de calentamiento 1 hora a 120 °C) es menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 350 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm, por ejemplo menos de 250 ppm, por ejemplo menos de 200 ppm, por ejemplo menos de 150 ppm y/o

donde la cantidad de butanol emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 100 ppm, por ejemplo menos de 80 ppm, por ejemplo menos de 70 ppm, por ejemplo menos de 60 ppm, por ejemplo menos de 50 ppm, por ejemplo menos de 40 ppm, por ejemplo menos de 30 ppm y/o

donde la cantidad de acetona emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 4 ppm, por ejemplo menos de 3 ppm, por ejemplo menos de 2 ppm, por ejemplo menos de 1 ppm y/o

donde la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o

donde la cantidad de diacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 90, por ejemplo menos de 80, por ejemplo menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm, preferiblemente

donde la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o donde la cantidad de diacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 90, por ejemplo menos de 80, por ejemplo menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm

Para el propósito de la invención, el valor VOC, el valor FOG, la cantidad de butanol emitida, la cantidad de acetona emitida y la cantidad de isopropenilacetilbenceno y la cantidad de diacetilbenceno se miden en una muestra tomada 1 hora después de su preparación por mezcla en estado fundido y almacenada en bolsas herméticas durante no más de 24 horas a una temperatura máxima de 23°C.

Las composiciones de la invención pueden comprender además aditivos. Por ejemplo, las composiciones pueden contener además agentes de nucleación, clarificadores, estabilizadores, agentes de liberación, pigmentos,

colorantes, plastificantes, antioxidantes, antiestáticos, agentes de resistencia a los arañazos, cargas de alto rendimiento, modificadores de impacto, retardadores de llama, agentes de soplado, aditivos para reciclado, agentes de acoplamiento, antimicrobianos, aditivos antivaho, aditivos antiadherentes, aditivos antibloqueo, adyuvantes del procesamiento de polímeros tales como lubricantes y similares, etc., modificadores de la tensión superficial, co-

agentes, por ejemplo 1,4-butanodiol dimetacrilato (BDDMA), acrilato o metacrilato; componentes que mejoran la unión interfacial entre el polímero y el talco, por ejemplo polipropileno maleado, etc. Tales aditivos son bien conocidos en la técnica. El experto en la materia puede seleccionar fácilmente cualquier combinación adecuada de aditivos y cantidades de aditivos sin experimentación indebida.

La cantidad de aditivos depende de su tipo y función. Generalmente, sus cantidades serán de 0 a 30% en peso, por ejemplo de 0 a 20% en peso, por ejemplo de 0 a 10% en peso o de 0 a 5% en peso basado en la composición total.

La suma de todos los componentes añadidos en el proceso de la invención para formar la composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco debe sumar hasta 100% en peso.

Algunos o todos los componentes pueden premezclarse con el polipropileno heterofásico, antes de la mezcla en estado fundido del polipropileno heterofásico con el talco o pueden añadirse a la etapa de mezcla en estado fundido a). En el caso de que se produzca la mezcla en estado fundido en el extrusor, los componentes se pueden añadir en cualquier orden y por cualquier medio convencional, por ejemplo en el mismo o en sitios diferentes del extrusor. En otro aspecto, la invención se refiere al uso de las composiciones de la invención en moldeo por inyección, moldeo por soplado, moldeo por extrusión, moldeo por compresión, moldeo por inyección de pared delgada, etc., por ejemplo en aplicaciones de contacto con alimentos.

En otro aspecto más, la invención se refiere a un artículo conformado que comprende la composición de la invención.

La composición de la invención puede transformarse en artículos (semi)acabados conformados usando una variedad de técnicas de procesamiento. Ejemplos de técnicas de procesamiento adecuadas incluyen moldeo por inyección, moldeo por compresión por inyección, moldeo por inyección de pared fina, extrusión y moldeo por compresión por extrusión. El moldeo por inyección es ampliamente utilizado para producir artículos tales como por ejemplo tapas y cierres, baterías, baldes, contenedores, partes exteriores de automóviles como parachoques, partes interiores de automóviles como paneles de instrumentos o partes de automóviles bajo el capó. La extrusión es por ejemplo ampliamente utilizada para producir artículos, tales como varillas, láminas, películas y tubos. Por ejemplo, el moldeo por inyección de pared delgada puede utilizarse para fabricar envases de paredes finas.

El artículo conformado de la invención tiene también la ventaja de un bajo valor de VOC y/o un bajo valor FOG y/o una pequeña cantidad de acetona y/o una pequeña cantidad de butanol y/o una pequeña cantidad de isopropenilacetilbenceno y/o una pequeña cantidad de diacetilbenceno.

Aunque la invención ha sido descrita en detalle con fines de ilustración, se entiende que tal detalle es únicamente para ese propósito y los expertos en la materia pueden hacer variaciones a la misma sin apartarse del espíritu y alcance de la invención como se define en las reclamaciones.

Hay que señalar además que la invención se refiere a todas las posibles combinaciones de características descritas en la presente memoria, prefiriéndose en particular aquellas combinaciones de características que están presentes en las reivindicaciones.

Hay que señalar además que la expresión 'que comprende' no excluye la presencia de otros elementos. Sin embargo, también debe entenderse que una descripción de un producto que comprende ciertos componentes también divulga un producto que consiste en estos componentes. De forma similar, también debe entenderse que una descripción de un proceso que comprende ciertas etapas también divulga un proceso que consiste en estas etapas.

La invención se aclara a continuación por medio de los siguientes ejemplos, sin estar sin embargo limitada a los mismos.

Ejemplos

Métodos de medición

La emisión de VOC se midió de acuerdo con la norma VDA278 (versión de octubre de 2011, 180 °C, 30 min) en los compuestos granulados.

La emisión de FOG se midió de acuerdo con la norma VDA278 (versión de octubre de 2011, primer calentamiento 90 °C, 30 min, seguido de calentamiento 1 hora a 120 °C).

La cantidad de isopropenilacetilbenceno se midió usando VDA278 (10 min a 180 °C) y se determinó con CG-EM.

La cantidad de diacetilbenceno se midió usando VDA278 (10 min a 180 °C) y se determinó con CG-EM.

5 Para el propósito de la presente invención, la rigidez se determina midiendo el módulo de flexión de acuerdo con la norma ASTM D790-10. El módulo de flexión se determinó en muestras de 3,2 mm de espesor de acuerdo con la norma ISO37/2, orientación paralela.

10 Para el propósito de la presente invención, la resistencia al impacto se determina midiendo la resistencia al impacto Izod a 23 °C de acuerdo con la norma ISO 180 4A, geometría de prueba: 65 *12,7*3,2 mm, muesca 45 ° de acuerdo con la norma ISO 37/2 orientación perpendicular.

15 Para el propósito de la presente invención, el flujo se determina midiendo el índice de fluidez, también llamado índice de flujo de fusión o índice de fusión de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg / 230 °C).

Método

20 Se prepararon varias muestras utilizando un material de partida que tenía un índice de fluidez (MFI) de 1,5. Este material es un copolímero de propileno heterofásico que tiene una matriz polimérica de propileno donde la matriz a base de propileno (en este caso un homopolímero de propileno) está presente en una cantidad de 75% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y 25% en peso de un copolímero de etileno-propileno que consiste en 55% en peso de etileno.

25 El copolímero de propileno heterofásico (4,1 kg) se extruyó en un extrusor de doble husillo ZE21 con el talco y este material se modificó con Luperco 802PP40 (di(terc-butilperoxisopropilbenceno) como el peróxido hasta el índice de fluidez deseado para el material acabado. La formulación de estos materiales contuvo además 500 ppm del adyuvante de procesamiento estearato de calcio y 5000 ppm del estabilizante Irganox B225. El talco, peróxido, estearato de calcio e Irganox B225 se mezclaron con el copolímero heterofásico antes de la dosificación en la tolva del extrusor.

30 El perfil de la temperatura en el extrusor fue de 20-20-40-100-170-230-240-240-240 °C, con un caudal de 2,5 kg/h a 300 rpm.

35 Las composiciones difirieron únicamente en el tipo de talco utilizado. Para la muestra número 1, el talco utilizado fue Steamic T1DF (recubierto en su superficie). Para la muestra número 2, el talco utilizado fue Steamic OOS D F/G (recubierto en su superficie). Para la muestra comparativa A, el talco utilizado fue Steamic T1CF, que es el equivalente no recubierto del Steamic T1DF. Para la muestra número 3, el talco utilizado fue Steamic T1CF que fue talco recubierto *in situ* con EBA. Para los experimentos con talco recubierto *in situ*, EBA, talco T1CF, peróxido, estearato de calcio, Irganox B225 y el copolímero heterofásico se mezclaron antes de la dosificación en la tolva del extrusor. Imerys Luzenac proporcionó todos los talcos.

Ejemplo 1 Determinación de la cantidad de peróxido

Se varió la concentración de talco en las composiciones y se ajustó la concentración de peróxido en la mezcla de polvo/aditivo para controlar el índice de fluidez a un valor de 15 grados/min.

45 La Tabla 1 muestra la cantidad de peróxido que se necesita para obtener un índice de fluidez tal como se ha determinado en la presente memoria descriptiva de 15 grados/min.

Tabla 1. Cantidad necesaria de la concentración de peróxido para desplazar el MFI del copolímero de propileno heterofásico a 15 grados/min

Muestra n.º	Talco	Concentración de peróxido requerida a una concentración de talco de 0% en peso (% en peso)	Concentración requerida de peróxido a una concentración de talco del 2,5% en peso (% en peso)	Concentración de peróxido requerida a una concentración de talco de 5% en peso (% en peso)
1	Recubierto	0,16	0,16	0,18
2	Recubierto	0,16	0,16	0,17
3	Recubierto in situ	0,16	0,16	0,18
A	No recubierto	0,16	0,2	0,45

Conclusión 1

50 Como puede verse a partir de los resultados de la tabla 1, la cantidad de peróxido que se necesita para desplazar el MFI del copolímero de propileno heterofásico utilizado a 15 grados/min es considerablemente superior para la muestra comparativa A que para las composiciones de la invención (que utilizan un talco recubierto).

Ejemplo 2. Determinación de la cantidad de productos de descomposición de peróxido

La cantidad de productos de descomposición de peróxido (diacetilbenceno e isopropenilacetilbenceno) de las composiciones de los ejemplos 1, 2, 3 y del ejemplo comparativo A y del ejemplo comparativo B (sin talco) se determinaron también en la composición final usando el método descrito anteriormente. Se calculó la cantidad de terc-butanol, acetona y metano. Los resultados se presentan en la Tabla 2 a continuación.

Tabla 2. Cantidad de productos de degradación de peróxido

Muestra n.º	Talco	tBuOH (ppm)	Acetona (ppm)	Metano (ppm)	Diacetilbenceno (ppm)	Isopropenil acetilbenceno (ppm)
1	Recubierto	26	1	3	21	10
2	Recubierto	27	2	4	23	10
3	Recubierto in situ	29	2	4	22	9
A	No recubierto	72	4	9	37	21
B	Sin talco	26	1	3	27	10

Conclusión 2

Como puede verse en la Tabla 2, la cantidad de productos de degradación de peróxido en la composición de la invención es considerablemente más baja que en la composición de la muestra comparativa A. Esto tiene una ventaja en el rendimiento organoléptico, niveles de emisión más bajos y menos problemas de seguridad.

Ejemplo 3. Determinación de las propiedades mecánicas

También se midieron el impacto Izod a 23 °C y el módulo II a 23 °C. Los resultados se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3. Impacto Izod y módulo de flexión del copolímero de propileno heterofásico Sabic® PP PHC27 que tiene un MFI de 15 grados/min, utilizando diferentes talcos.

Muestra n.º		0% en peso de talco		2,5% en peso de talco		5% en peso de talco	
		Imp. (kJ/m ²)	Mod. (MPa)	Imp. (kJ/m ²)	Mod. (MPa)	Imp. (kJ/m ²)	Mod. (MPa)
1	R	-	-	64,45	1144	65,36	1212
2	R	-	-	64,18	1148	65,23	1218
3	RIS	-	-	65,08	1113	65,13	1204
A	NR	-	-	64,99	1134	65,20	1190
B	Sin talco	60,80	993	-	-	-	-
R = Recubierto RIS = Recubierto in situ NR = No recubierto Imp. = Impacto Izod a 23 °C (kJ/m ²) Mod. = Módulo de flexión II a 23 °C (MPa)							

Conclusión 3

Como puede observarse a partir de los resultados de la Tabla 3, aunque se utilizaron diferentes talcos y la cantidad de peróxidos utilizados es menor para las muestras 1-3 que para la muestra comparativa A, el impacto Izod y el módulo de flexión permanecen iguales.

Esto muestra que las propiedades mecánicas de la composición de la invención, aunque contengan una cantidad inferior de productos de descomposición de peróxidos, permanecen comparables a las de la composición que contiene cantidades considerablemente mayores de productos de descomposición de peróxido.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la preparación de una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco, donde el copolímero de propileno heterofásico consiste en

- (a) una matriz a base de propileno, donde la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70% en masa de propileno y hasta 30% en masa de etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno, donde la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y
- (b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

donde el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y donde la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100% en peso,

donde la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C), donde al menos una parte del talco tiene su superficie modificada y donde la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente 0,5 a como máximo 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

que comprende la etapa de

- (a) mezclar en estado fundido el copolímero de propileno heterofásico con el talco y un peróxido, donde la cantidad de peróxido se selecciona de manera que se obtiene una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco que tiene el índice de fluidez deseado,

donde la α -olefina en el copolímero de propileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen 2 o 4-10 átomos de carbono, donde la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- α -olefina está en el intervalo de 20-65% en peso basado en el copolímero de etileno- α -olefina y donde la α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de los mismos, donde al menos 80% en peso del talco en la composición tiene su superficie modificada, y donde el talco que tiene su superficie modificada es un talco que está modificado en su superficie con una sustancia polar seleccionada del grupo de glicoles, silanos y aminas.

2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno.

3. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, donde la α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina es propileno.

4. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, donde todo el talco utilizado en el proceso está modificado en su superficie.

5. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, donde el peróxido es α,α' -bis-(terc-butilperoxi)diisopropilbenceno, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)-hexano o 3,6,9-trietil-3,6,9-trimetil-1,4,7-triperoxonano.

6. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, donde el talco modificado en su superficie se prepara mezclando un talco con una sustancia polar.

7. Proceso de acuerdo con la reivindicación 6, donde la sustancia polar, es etilen-bis-estearamida.

8. Composición obtenida u obtenible por el proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 1-7.

9. Composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco, donde el copolímero de propileno heterofásico consiste en

- (a) una matriz a base de propileno, donde la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70% en masa de propileno y hasta 30% en masa de α -olefina, basado en la masa total de la matriz a base de propileno,

donde la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

5

donde el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y donde la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100% en peso,

10 donde la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C),

donde al menos una parte del talco tiene su superficie modificada y donde la cantidad de talco en la composición es de al menos 0,5 a como máximo 5% en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

donde al menos 80% en peso del talco en la composición tiene su superficie modificada,

15 donde el talco que tiene su superficie modificada es un talco que está modificado en su superficie con una sustancia polar seleccionada del grupo de glicoles, silanos y aminas,

y

donde la cantidad de compuestos orgánicos volátiles medida por el valor VOC de acuerdo con la norma VDA278 (30 min, 180 °C) y determinada por cromatografía de gases es menos de 1.500 ppm, preferiblemente menos de 1.300 ppm, más preferiblemente menos de 1.000 ppm, por ejemplo menos de 750 ppm, por ejemplo menos de 600 ppm, por ejemplo menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm basado en la composición total y/o

20 donde la cantidad de butanol emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 100 ppm, por ejemplo menos de 80 ppm, por ejemplo menos de 70 ppm, por ejemplo menos de 60 ppm, por ejemplo menos de 50 ppm, por ejemplo menos de 40 ppm, por ejemplo menos de 30 ppm y/o

25 donde la cantidad de acetona emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 4 ppm, por ejemplo menos de 3 ppm, por ejemplo menos de 2 ppm, por ejemplo menos de 1 ppm y/o

30 donde la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o

donde la cantidad de diacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm,

35 donde la α -olefina en el copolímero de propileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen 2 o 4-10 átomos de carbono,

donde la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- α -olefina está en el intervalo de 20-65 % en peso basado en el copolímero de etileno- α -olefina y donde la α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de los mismos.

40

10. Composición de acuerdo con la reivindicación 8 o la reivindicación 9, que además comprende aditivos.

11. Uso de las composiciones de una cualquiera de las reivindicaciones 8-10 en el moldeo por inyección, moldeo por soplado, moldeo por extrusión, moldeo por compresión o moldeo por inyección de pared delgada, por ejemplo en aplicaciones de contacto con alimentos.

45

12. Un artículo conformado que comprende la composición de una cualquiera de las reivindicaciones 8-10.