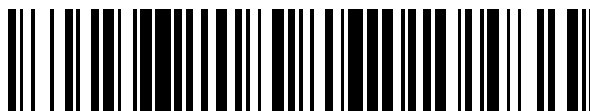


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 847 049**

51 Int. Cl.:

<b>C08K 3/01</b>	(2008.01)	<b>C08L 33/08</b>	(2006.01)
<b>C08K 3/04</b>	(2006.01)		
<b>C08K 3/26</b>	(2006.01)		
<b>C08K 3/30</b>	(2006.01)		
<b>C08K 3/34</b>	(2006.01)		
<b>C08K 3/36</b>	(2006.01)		
<b>C08K 5/14</b>	(2006.01)		
<b>C08J 3/22</b>	(2006.01)		
<b>C08L 9/06</b>	(2006.01)		
<b>C08L 23/16</b>	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.11.2017 PCT/EP2017/079837**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **31.05.2018 WO18095878**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.11.2017 E 17805156 (1)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.10.2020 EP 3545021**

54 Título: **Mezcla madre de peróxido**

30 Prioridad:

**25.11.2016 EP 16200723**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**30.07.2021**

73 Titular/es:

**NOURYON CHEMICALS INTERNATIONAL B.V.  
(100.0%)  
Velperweg 76  
6824BM Arnhem, NL**

72 Inventor/es:

**BEEK, WALDO JOSEPH ELISABETH**

74 Agente/Representante:

**DÍAZ DE BUSTAMANTE TERMINEL, Isidro**

**ES 2 847 049 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 madre de peróxido

La presente invención se refiere a una mezcla madre de peróxido, su preparación y uso en la reticulación y modificación de polímeros.

5 Los elastómeros, incluyendo termoplásticos, termoplásticos elastoméricos, poliolefinas y cauchos, tales como polietileno, copolímero de etileno-acetato de vinilo, copolímero de etileno-propileno (EPM), copolímero de etileno-octeno (POE), caucho de etileno-propileno-dieno (EPDM) y copolímero de butadieno-acrilonitrilo son generalmente de bajo precio, ampliamente disponibles y tienen excelentes propiedades físicas que permiten un uso amplio. Tras el  
10 tratamiento con peróxidos orgánicos, los elastómeros se pueden reticular o se pueden modificar sus propiedades de fusión, por ejemplo, mediante degradación o creando ramificaciones de cadena larga.

Las consideraciones de seguridad generalmente no permiten el peróxido orgánico puro en el proceso de reticulación o modificación. Además, es muy difícil obtener una distribución homogénea de peróxido puro en el elastómero, considerando la pequeña cantidad de peróxido que se requiere para una reticulación eficaz. Una distribución no homogénea conduce a un producto no homogéneo, lo que evidentemente no es deseado.

15 En lugar de peróxido puro, generalmente se usan formas diluidas de peróxido orgánico. Ejemplos de dichas formas diluidas son mezclas en polvo de peróxidos en cargas inertes y las denominadas mezclas madre, en las que el peróxido se dispersa en una matriz polimérica.

En comparación con las formulaciones en polvo, las mezclas madre requieren menos tiempo para dispersarse de manera homogénea en el elastómero y pueden manipularse sin que se forme polvo.

20 Las mezclas madre convencionales se basan en copolímero de etileno propileno (EPM) o copolímero de etileno propileno dieno (EPDM) y se preparan usando un mezclador interno o un molino abierto de dos rodillos, seguido de calandrado y conformación de la mezcla madre usando un granulador. Este es un procedimiento de dos o tres etapas que requiere mucha mano de obra y no es muy rentable.

25 La extrusión sería una forma mucho menos laboriosa y más rentable de preparación de mezclas madre. Sin embargo, desafortunadamente, la extrusión no se usa en la práctica comercial, ya que las resinas de EPM y EPDM adecuadas solo están disponibles en balas; no en forma granular o de bolitas. Las balas no se pueden añadir a una extrusora y la molienda de balas de EP(D)M a tamaños adecuados para alimentar a una extrusora no es económicamente atractivo ya que el EP(D)M redimensionado/molido se apelmaza fácilmente, lo que limita su uso a períodos de tiempo cortos. Y aunque este problema puede limitarse hasta cierto punto añadiendo un agente antiapelmazante, esto no solo aumenta los costes de la mezcla madre, sino que también puede hacer que la mezcla  
30 madre no sea adecuada para determinadas aplicaciones.

Por lo tanto, el objeto de la presente invención es la provisión de un proceso de extrusión para la preparación de una mezcla madre de peróxido y la provisión de una mezcla madre de peróxido en forma de extruidos.

35 Un objeto adicional es la provisión de una mezcla madre adecuada para la dispersión en elastómeros, en particular en EPM y EPDM.

Este objeto se ha logrado mediante la provisión de una mezcla madre que comprende:

- el 15-55 % en peso de uno o más peróxidos orgánicos,

40 - el 15-45 % en peso de uno o más copolímeros de al menos dos monómeros diferentes, siendo el primer monómero etileno o propileno, siendo el segundo monómero un monómero de vinilo que comprende al menos cuatro átomos de carbono y opcionalmente heteroátomos,

- el 6-70 % en peso de al menos dos tipos de carga - carga de tipo 1 y carga de tipo 2 - teniendo cada una un área superficial BET diferente:

(i) estando la carga de tipo 1 presente en la mezcla madre en una concentración del 3-30 % en peso y teniendo un área superficial BET de más de 100 m<sup>2</sup>/g;

45 (ii) estando la carga de tipo 2 presente en la mezcla madre en una concentración del 3-40 % en peso y teniendo un área superficial BET de 100 m<sup>2</sup>/g o menos;

en donde la mezcla madre tiene la forma de extruidos.

50 Estas mezclas madre se pueden producir alimentando uno o más peróxidos, gránulos o bolitas de los uno o más copolímeros, y las al menos dos cargas a una extrusora y extruyendo la combinación para producir una mezcla íntima de los componentes.

La mezcla madre tiene la forma de extrudidos, lo que significa que han sido preparados por extrusión, seguida generalmente por el corte o granulación de la hebra o tira que sale de la matriz de la extrusora.

La cantidad total de peróxido orgánico presente en la mezcla madre es el 15-55 % en peso, preferentemente el 30-52 % en peso, más preferentemente el 35-50 % en peso y de la manera más preferente el 35-45 % en peso, basándose en el peso total de la mezcla madre.

Ejemplos de peróxidos orgánicos adecuados son peróxido de dicumilo, di(terc-butilperoxiisopropil)benceno, 1,1-di(terc-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, 4,4-di(terc-butilperoxi)valerato de butilo, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)hexano, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)hexano-3, peroxibenzoato de terc-butilo, carbonato de terc-butilperoxi-2-etilhexilo, 3,6,9-trietil-3,6,9-trimetil-1,4,7-triperoxonano, peroxi-3,5,5-trimetilhexanoato de terc-butilo y mezclas de los mismos.

Los peróxidos preferidos son peróxido de dicumilo, di(terc-butilperoxiisopropil)benceno, 1,1-di(terc-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, 4,4-di(terc-butilperoxi)valerato de butilo, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)hexano y peroxi-3,5,5-trimetilhexanoato de terc-butilo.

La cantidad total de copolímero presente en la mezcla madre es del 15-45 % en peso, más preferentemente del 20-40 % en peso y de la manera más preferente del 25-35 % en peso, basándose en el peso total de la mezcla madre.

El copolímero tiene, preferentemente, un índice de fluidez en estado fundido (MFI; medido a 190 °C, 2,16 kg; ASTM D1238) de 1 g/10 min o menos. Esto permite la producción de hebras de extruido fuertes, que pueden cortarse fácilmente después de enfriarlas en un baño de agua.

Ejemplos de copolímeros adecuados para la mezcla madre de acuerdo con la presente invención son copolímeros de etileno-acetato de vinilo, copolímeros de (i) etileno o propileno y (ii) 1-buteno, 1-hexeno y/o 1-octeno, copolímeros de etileno y un acrilato, copolímeros hidrogenados de estireno etileno butileno, copolímeros hidrogenados de estireno etileno propileno.

En una realización preferida, el copolímero es un copolímero de etileno-acetato de vinilo o un copolímero de (i) etileno o propileno y (ii) 1-buteno o 1-octeno. Incluso más preferidos son los copolímeros de (i) etileno o propileno y (ii) 1-buteno o 1-octeno. Dichos copolímeros se denominan generalmente elastómeros de poliolefina (POE). Generalmente se preparan mediante catálisis de metaloceno. Estos copolímeros son semicristalinos, conteniendo tanto una fase amorfa como una cristalina, fases que pueden estar distribuidas al azar o en conformación de bloque.

Los POE están disponibles en el mercado como bolitas de flujo libre. Ejemplos de POE adecuados son elastómeros de poliolefina Engage™ (de Dow), TAFMER™ series DF, A y XM (de Mitsui), plastómeros Queo™ (de Borealis) y plastómeros Exact™ (de ExxonMobil).

La mezcla madre contiene el 6-70 % en peso, preferentemente el 13-45 % en peso, y de la manera más preferente el 22-37 % en peso de al menos dos cargas con diferentes áreas superficiales BET: carga de tipo 1 y carga de tipo 2.

La carga de tipo 1 representa las denominadas cargas de refuerzo, que sirven para absorber el peróxido, ayudar a dispersar el peróxido en el elastómero y evitar la exudación del peróxido fuera de la mezcla madre. Estas cargas también influyen en la dureza del extruido, su resistencia al apelmazamiento y su facilidad para dispersarse en un polímero.

La carga de tipo 1 tiene un área superficial BET de más de 100 m<sup>2</sup>/g, preferentemente más de 110 m<sup>2</sup>/g y de la manera más preferente más de 120 m<sup>2</sup>/g. El área superficial BET se refiere al área superficial medida por adsorción de nitrógeno de acuerdo con el conocido método Brunauer-Emmett-Teller.

Ejemplos de materiales adecuados que se pueden usar como carga de tipo 1 son sílice, negro de humo y combinaciones de los mismos. La sílice es el material preferido.

La cantidad de carga de tipo 1 presente en la mezcla madre es del 3-30 % en peso, más preferentemente del 3-15 % en peso y de la manera más preferente del 7-12 % en peso, basándose en el peso total de la mezcla madre.

La carga de tipo 2, con su área superficial limitada, incluye las denominadas cargas no de refuerzo y cargas de semirrefuerzo. La carga de tipo 2 sirve para mejorar la producción, reducir los costes y mejorar la conductividad térmica, lo que permite temperaturas de funcionamiento más bajas. Esto último es importante en el procesamiento seguro de peróxidos orgánicos.

Estas cargas de área superficial baja son generalmente más baratas que las cargas de refuerzo de tipo 1. También son menos abrasivos y, por lo tanto, reducen la fricción y el desgaste dentro de la extrusora. También son más densos que las cargas de área superficial elevada, lo que facilita la dosificación y la compactación de baja energía. Además, su expansión térmica es menor, lo que reduce el volumen de la masa fundida de polímero. En condiciones de procesamiento constantes, esto conduce a una presión de fusión más baja, así como a un par de accionamiento

- del tornillo más bajo. Como consecuencia, se puede aumentar la velocidad del tornillo y, por lo tanto, se puede aumentar la producción. Además, su conductividad térmica es alta, lo que da como resultado una rápida distribución de la energía térmica a través de la masa fundida de polímero, acelerando así la fusión del polímero durante la extrusión y el enfriamiento posterior. Esto también facilita una masa fundida más homogénea, con menos puntos calientes locales, lo que da como resultado una viscosidad de la masa fundida más uniforme.
- 5 La carga de tipo 2 tiene un área superficial BET por debajo de 100 m<sup>2</sup>/g, preferentemente por debajo de 50 m<sup>2</sup>/g y de la manera más preferente por debajo de 10 m<sup>2</sup>/g. Los ejemplos de materiales adecuados que pueden usarse como carga de tipo 2 incluyen carbonato de calcio, arcillas, sulfato de bario y combinaciones de los mismos. El material preferido es el carbonato de calcio.
- 10 La cantidad de carga de tipo 2 presente en la mezcla madre es del 3-40 % en peso, más preferentemente del 10-30 % en peso y de la manera más preferente del 15-25 % en peso, basándose en el peso total de la mezcla madre.
- 15 La mezcla madre de la presente invención puede contener además uno o más adyuvantes seleccionados del grupo de antioxidantes, retardadores de quemado, estabilizantes UV, retardadores de llama, pigmentos, tintes, aceites de procesamiento, lubricantes, agentes de expansión (por ejemplo, microesferas de azo-dicarbonamida o termoplástico relleno de gas, por ejemplo, Expancel®) y otros aditivos que se usan comúnmente en elastómeros. Estos productos deben usarse en las cantidades convencionales, siempre que no afecten negativamente al rendimiento y la estabilidad en almacenamiento de la mezcla madre. Típicamente, constituyen el 5 % en peso o menos de la mezcla madre total.
- 20 La mezcla madre de acuerdo con la presente invención se prepara mediante extrusión. En una realización preferida, se usa una extrusora de doble tornillo.
- El o los copolímeros se añaden, en forma granular o de bolitas, a la extrusora. Preferentemente, el o los copolímeros se añaden como bolitas o gránulos de flujo libre.
- 25 La temperatura de la extrusora está controlada en el intervalo de 50-95 °C, más preferentemente de 60-90 °C y de la manera más preferente de 70-85 °C. Si el peróxido orgánico es sólido a temperatura ambiente, la temperatura de extrusión está, preferentemente, por encima de la temperatura de fusión del peróxido, permitiendo de ese modo que el peróxido se absorba en la carga o cargas. Si la extrusora se calienta a temperaturas superiores a 95 °C, la extrusión segura de peróxidos se vuelve cuestionable.
- 30 En una realización, todos los ingredientes de la mezcla madre se añaden simultáneamente a través de la alimentación principal de la extrusora. Si todos los ingredientes son de tamaño y forma similares, se puede usar un único alimentador. En otra realización, los gránulos o bolitas de copolímero se dosifican mediante un alimentador separado en la misma zona de alimentación. En una realización adicional, el o los copolímeros se añaden a través de un primer alimentador, el o los peróxidos se añaden a través de un segundo alimentador y las cargas se añaden a través de un tercer y opcionalmente un cuarto alimentador, todos en la misma zona de alimentación, o en zonas de alimentación separadas.
- 35 El peróxido se puede añadir a la extrusora como tal o en forma diluida. Puede diluirse en un disolvente o mezclarse o absorberse en un diluyente sólido. Si el peróxido o su dilución está en estado líquido en el momento de la adición a la extrusora, se puede usar un sistema de dosificación de líquido (por ejemplo, una bomba) para añadirlo a la extrusora. El peróxido se puede añadir en la misma zona de alimentación que uno o más de los otros ingredientes, o se puede añadir en una zona de alimentación más aguas abajo.
- 40 La dilución del peróxido con un diluyente sólido se puede hacer simplemente mezclando el peróxido y el diluyente, siempre que el peróxido sea sólido a temperatura ambiente. Si el peróxido es líquido a temperatura ambiente, el peróxido se puede rociar sobre el diluyente sólido. También es posible fundir primero un peróxido sólido y después rociarlo sobre el diluyente sólido. Como diluyente sólido, se pueden usar cargas de tipo 1 y/o tipo 2.
- 45 La velocidad del tornillo de la extrusora varía generalmente de 50 a 250 rpm. Los ingredientes se alimentan preferentemente a la extrusora con una velocidad que da como resultado una alimentación insuficiente de los tornillos. Esto evita la acumulación de ingredientes dentro del tambor.
- Después de la extrusión, las hebras o tiras que salen de la boquilla de la extrusora se enfrían preferentemente lo más rápido posible; esto evitará la "transpiración" del peróxido y ayudará al corte o granulación de la hebra/tira extruida.
- 50 El enfriamiento del extruido se puede realizar en un baño de agua, pero preferentemente se realiza usando una corriente de aire (enfriado). Si se usa un baño de agua, los extruidos cortados deben secarse usando aire seco o frío para evitar el apelmazamiento de las partículas resultantes durante este proceso de secado.
- 55 Los extruidos tienen preferentemente una dimensión cilíndrica con un diámetro de 1-10 mm y una longitud de 3-20 mm, más preferentemente un diámetro de 1-5 mm y una longitud de 3-5 mm, y de la manera más preferente un diámetro de 1-3 mm y una longitud de 3-5 mm. Los extruidos también pueden tener otras formas, tales como una

forma cúbica.

La mezcla madre de la presente invención es adecuado para diversas aplicaciones que implican el tratamiento de un polímero con un peróxido orgánico.

5 Una aplicación particularmente preferida es la reticulación de elastómeros - incluyendo termoplásticos, termoplásticos elastoméricos, poliolefinas y cauchos - tales como EPM, EPDM, copolímero de etileno-acetato de vinilo, caucho natural, polibutadieno, poliisopreno, polibutileno, poliisobutileno, éster de ácido poliacrílico, copolímero de estireno-butadieno, copolímero de acrilonitrilo-butadieno, copolímero de acrilonitrilo-butadieno hidrogenado, terpolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno, caucho fluorado, caucho de silicona, caucho de uretano, polietileno, copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina y polietileno clorado.

10 Se prefiere especialmente su uso para la reticulación de EPM y EPDM. La mezcla madre de acuerdo con la presente invención se puede dispersar homogéneamente en EPM y EPDM en un período de tiempo muy corto, lo que permite tiempos de procesamiento rápidos. La mezcla madre de la presente invención se usa típicamente en una cantidad del 0,2-20 % en peso, más preferentemente del 1-10 % en peso, con respecto al peso del elastómero a reticular.

15 La reticulación del elastómero se puede llevar a cabo usando cualquier proceso convencional. En dichos procesos, el elastómero a reticular típicamente se mezcla primero homogéneamente con una carga inactiva tal como talco y carbonato de calcio y/o negro de humo y un aceite de procesamiento, y después se mezcla o amasa con la cantidad requerida de la mezcla madre. El equipo de mezcla adecuado incluye mezcladores internos tipo Banbury. Debido a la viscosidad del elastómero y la fricción causada por las cargas, la temperatura dentro del mezclador aumentará rápidamente. Para evitar una reticulación prematura, la mezcla madre de peróxido se añade cerca del final del ciclo de mezcla. La desventaja de esto es que solo hay un tiempo de mezcla limitado disponible para la mezcla madre de peróxido. Esto ilustra la importancia de las mezclas madre que se dispersan rápida y homogéneamente en el elastómero.

En la siguiente etapa de reticulación, la mezcla se calienta típicamente a 140-200 °C durante 5-30 minutos en un molde.

25 Otras aplicaciones de la mezcla madre de acuerdo con la presente invención incluyen la reticulación de polietileno, la funcionalización de polietileno o polipropileno, la modificación de polietileno para incrementar la ramificación de cadena larga, la degradación de polipropileno y la producción de vulcanizados termoplásticos (TPV). La última implica la reticulación combinada de EPDM y la degradación limitada de polipropileno. La rápida dispersión de las mezclas madre de la invención en EPDM permite un mejor equilibrio entre reticulación y degradación.

## 30 EJEMPLOS

### Ejemplo 1

Se prepararon dos mezclas madre de acuerdo con la invención. La primera mezcla madre contenía peróxido de dicumilo (Perkadox® BC, de AkzoNobel); la segunda mezcla madre contenía di(terc-butilperoxiisopropil)benceno (Perkadox® 14S, de AkzoNobel).

35 El copolímero usado fue un copolímero POE de etileno y 1-octeno (Engage™ 8180 de Dow). La carga de tipo 1 fue sílice con un área superficial BET de 125 m<sup>2</sup>/g. La carga de tipo 2 fue CaCO<sub>3</sub> con un área superficial BET de 5 m<sup>2</sup>/g. Estas mezclas madre se prepararon por extrusión, usando una temperatura del tambor de 75 °C y una velocidad de tornillo de 100 rpm. Después de la extrusión, la cuerda producida se enfrió y se cortó en gránulos.

40 Se preparó una mezcla madre similar, pero comparativa, en un molino de dos rodillos. La temperatura del rodillo frontal osciló entre 60 °C al principio y 50 °C durante la producción. La temperatura del rodillo trasero osciló entre 75 °C al principio y 70 °C durante la producción. El ajuste de la línea de contacto fue de 1 mm, lo que dio lugar a láminas de 4 mm de espesor después del enfriamiento. Después de enfriarse y reposar durante una semana, las láminas se cortaron en piezas de 10x8x4 mm.

45 Las mezclas madre resultantes se probaron para determinar su comportamiento de dispersión en EPDM. Este comportamiento se comparó con el de dos mezclas madre comerciales de AkzoNobel que contienen los mismos peróxidos, pero basados en EPM y que se preparan usando un molino de dos rodillos en lugar de una extrusora: Perkadox® BC-40MB-GR y Perkadox® 14-40MB-GR-S.

50 El comportamiento de dispersión se probó mezclando, en un molino de dos rodillos a 60 °C, 100 partes en peso de EPDM (Dutral® 4044, de Versalis), 70 partes en peso de negro de humo N-550 y 70 partes en peso de negro de humo N-772 (ambos de Cabot), 70 partes en peso de aceite de procesamiento (Catanex D 579, de Shell) y 10 partes en peso de las mezclas madre.

El sistema de carbono/EPDM era de color negro; la mezcla madre era blanca. Por lo tanto, la dispersión de la mezcla madre en el caucho se pudo observar mediante inspección visual. El tiempo de mezcla requerido para alcanzar la dispersión visual completa de la mezcla madre en la matriz de EPDM se enumera en la tabla 1 y muestra

que las mezcla madre de acuerdo con la presente invención se dispersan mucho más rápido en EPDM que las mezcla madre preparadas en un molino de dos rodillos.

Tabla 1

	Inv. 1	Inv. 2	Comp. 1	Perkadox® BC-40MB-GR	Perkadox® 14-40MB-GR-S
Tecnología de mezcla	Extrusora	Extrusora	Molino de dos rodillos	Molino de dos rodillos	Molino de dos rodillos
Perkadox® BC	40		40	40	
Perkadox® 14S		40			40
Carbonato de calcio	20	20	20	20	20
Sílice	10	10	10	10	10
POE	30	30	30		
EPM				30	30
Tiempo de mezcla (min:s)	1:53	1:47	2:00	2:55	3:13

5

El comportamiento de reticulación de las mezclas madre se probó en un reómetro usando los materiales, cantidades y condiciones enumerados en la tabla 2. Esta muestra que la densidad de reticulación y las propiedades mecánicas obtenidas usando las mezcla madre de acuerdo con la invención son comparables a las obtenidas usando las mezclas madre comerciales.

10

Tabla 2

EPDM	100	100	100	100
Negro de humo (N-550)	70	70	70	70
Negro de humo (N-772)	70	70	70	70
Aceite Sunpar 550	50	50	50	50
Mezcla madre de la invención Perkadox® BC	6,1			
Mezcla madre de la invención Perkadox® 14		3,8		
Perkadox® BC-40-MB-GR			6,1	
Perkadox® 14-40-MB-GR				3,8
Reómetro °C	170	175	170	175
ts2 (min)	0,8	0,9	0,8	0,9
t5 (min)	0,4	0,4	0,4	0,4
t50 (min)	1,9	2,2	1,9	2,2
t90 (min)	6,4	7,2	6,0	7,2

## ES 2 847 049 T3

ML (Nm)	0,2	0,3	0,3	0,3
MH (Nm)	1,3	1,3	1,3	1,3
delta S (Nm)	1,1	1,0	1,0	1,1
Resistencia a la tracción (N/mm <sup>2</sup> )	12,7	12,3	12,1	12,3
Alargamiento a la rotura (%)	326	345	321	344
M50 (N/mm <sup>2</sup> )	2,1	2,1	2,3	2,2
M100 (N/mm <sup>2</sup> )	4,2	4,2	4,6	4,3
M200 (N/mm <sup>2</sup> )	9,3	9,2	9,5	9,2
M300 (N/mm <sup>2</sup> )	12,5	11,9	12,0	11,8
Dureza IRHD	74,2	75,5	73,4	75,3
Resistencia al desgarro (kN/m)	34,7	35,7	35,7	37,9

### Ejemplo 2

Se repitió el ejemplo 1, excepto por el uso de diferentes copolímeros:

- Engage™ HM7387 de Dow (un copolímero POE de etileno y 1-buteno)
- 5 - Elvax® 360A de DuPont (un copolímero de etileno acetato de vinilo).

Todas las mezclas madre de este ejemplo se prepararon en una extrusora.

Los resultados se muestran en la tabla 3.

Tabla 3

	Inv. 3	Comp. 2	Comp. 3	Inv. 4	Inv. 5	Comp. 4
Perkadox® BC	40	40	60	40		40
Perkadox® 14S					40	
Carbonato de calcio	20	20		10	10	
Sílice	10			20	20	
POE	30	40	40			
EVA				30	30	60
Observaciones		Difícil de cortar	Difícil de cortar			Muy húmedo, mezcla deficiente
Tiempo de mezcla (min:s)	1:10	1:15	1:15	0:45	0:30	2:40

- 10 Los experimentos Inv. 3 y Comp. 2 y 3 y los experimentos Inv. 4 y Comp. 4 muestran que las cargas, y especialmente las cargas de tipo 1, se prefieren para obtener extruidos adecuados.

## REIVINDICACIONES

1. Mezcla madre de peróxido que comprende:
  - el 15-55 % en peso de uno o más peróxidos orgánicos,
  - 5 - el 15-45 % en peso de uno o más copolímeros de al menos dos monómeros diferentes, siendo el primer monómero etileno o propileno, siendo el segundo monómero un monómero de vinilo que comprende al menos cuatro átomos de carbono y opcionalmente heteroátomos,
  - el 6-70 % en peso de al menos dos tipos de carga - carga de tipo 1 y carga de tipo 2 - teniendo cada una un área superficial BET diferente:
    - 10 (i) estando la carga de tipo 1 presente en la mezcla madre en una concentración del 3-30 % en peso y teniendo un área superficial BET de más de 100 m<sup>2</sup>/g;
    - (ii) estando la carga de tipo 2 presente en la mezcla madre en una concentración del 3-40 % en peso y teniendo un área superficial BET de 100 m<sup>2</sup>/g o menos;

en donde la mezcla madre tiene la forma de extruidos.
- 15 2. Mezcla madre de peróxido de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende el 30-52 % en peso de uno o más peróxidos.
3. Mezcla madre de peróxido de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde el peróxido orgánico se selecciona del grupo que consiste en peróxido de dicumilo, di(terc-butilperoxiisopropil)benceno, 1,1-di(terc-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, 4,4-di(terc-butilperoxi)valerato de butilo, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)hexano y peroxi-3,5,5-trimetilhexanoato de terc-butilo.
- 20 4. Mezcla madre de peróxido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el copolímero se selecciona de entre copolímeros de etileno-acetato de vinilo, copolímeros de (i) etileno o propileno y (ii) 1-buteno, 1-hexeno y/o 1-octeno, copolímeros de etileno y acrilatos, copolímeros hidrogenados de estireno, etileno y butileno, copolímeros hidrogenados de estireno, etileno y propileno.
- 25 5. Mezcla madre de peróxido de acuerdo con la reivindicación 4, en donde el copolímero es un copolímero de (i) etileno o propileno y (ii) 1-buteno y/o 1-octeno.
6. Mezcla madre de peróxido de acuerdo con la reivindicación 4, en donde el copolímero es un copolímero de etileno-acetato de vinilo
7. Mezcla madre de peróxido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende el 3-15 % en peso de carga de tipo 1 y el 10-30 % en peso de carga de tipo 2.
- 30 8. Mezcla madre de peróxido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la carga de tipo 1 tiene un área superficial BET de más de 150 m<sup>2</sup>/g.
9. Mezcla madre de peróxido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la carga de tipo 1 se selecciona de entre negro de humo, sílice y combinaciones de los mismos.
- 35 10. Mezcla madre de peróxido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la carga de tipo 2 tiene un área superficial BET por debajo de 10 m<sup>2</sup>/g.
11. Mezcla madre de peróxido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la carga de tipo 2 se selecciona de entre carbonato de calcio, sulfato de bario, arcilla y combinaciones de los mismos.
- 40 12. Proceso para la preparación de una mezcla madre de peróxido de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde los uno o más peróxidos orgánicos, gránulos o bolitas de los uno o más copolímeros y los al menos dos tipos de carga se añaden a una extrusora y se extruyen a una temperatura en el intervalo de 50-95 °C.
13. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en donde la extrusión se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 70 a 85 °C.
- 45 14. Proceso para la reticulación de un elastómero que comprende la etapa de dispersar la mezcla madre de peróxido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-9 en el elastómero a reticular, siendo dicho elastómero preferentemente EPM o EPDM.
15. Uso de la mezcla madre de peróxido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-11, para la reticulación, modificación o funcionalización de polietileno, la degradación o funcionalización de polipropileno, o la producción de vulcanizados termoplásticos.