

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 381 625**

51 Int. Cl.:  
**C08L 23/10** (2006.01)  
**C08K 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **07857483 .7**  
96 Fecha de presentación: **12.12.2007**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2121829**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **25.11.2009**

54 Título: **Composiciones de polipropileno que contienen cargas y/o pigmentos**

30 Prioridad:  
**20.12.2006 EP 06126677**  
**22.12.2006 US 876741 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**30.05.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**30.05.2012**

73 Titular/es:  
**BASELL POLIOLEFINE ITALIA S.R.L.**  
**VIA PERGOLESI 25**  
**20124 MILANO, IT**

72 Inventor/es:  
**MASARATI, Enrico y**  
**COSTANTINI, Enrico**

74 Agente/Representante:  
**Isern Jara, Jorge**

ES 2 381 625 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

Composiciones de polipropileno que contienen cargas y/o pigmentos.

- 5 La presente invención, se refiere a composiciones de polipropileno, las cuales contienen cargas y / o pigmentos, que tienen un equilibrio mejorado, en cuanto a lo referente a su procesabilidad y a sus propiedades mecánicas.

10 De una forma particular, las composiciones de la presente invención, tienen unos valores relativamente altos de la tasa de fluidez del fundente (índice de fluidez), a cuyo parámetro, en la parte que sigue de este documento, se le hará referencia como MFR (del inglés, Melt Flow Rate), a pesar de la presencia de unas cantidades significativas o incluso unas cantidades muy altas de cargas y / o pigmentos, asociados con un equilibrio muy favorable e inusual de las propiedades mecánicas.

15 Con objeto de incrementar los valores finales del MFR (índice de fluidez), de tales tipos de composiciones, se ha sugerido ya, en el arte especializado de la técnica, el uso de polímeros de propileno, con unos altos valores de MFR. De una forma particular, en concordancia con el documento de patente estadounidense US nº 4997875, se obtienen unas buenas propiedades mecánicas, procediendo a mezclar una cantidad de un agente reforzante, correspondiente a un porcentaje del 50%, en peso, a un material polímero, de propileno, como polimerizado, el cual tiene unos valores de índice de fluidez (FMI), correspondientes a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde 20 20 aproximadamente 55 g / 10 minutos, hasta aproximadamente 430 g / 10 minutos.

25 En concordancia con el documento de solicitud de patente estadounidense U.S. nº 20060264557, las composiciones de reforzadas de polipropileno, con unas buenas propiedades de resistencia al impacto, se obtienen procediendo a mezclar incluso mayores cantidades de fibras orgánicas y, opcionalmente, cargas inorgánicas, a una resina de polipropileno que tenga un MFR (índice de fluidez) correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde aproximadamente 20 g / 10 minutos, hasta aproximadamente 1500 g / 10 minutos. Realmente, los valores de índice de fluidez (FMI) más altos de los polímeros de polipropileno utilizados en los ejemplos del citado documento de solicitud de patente, son los correspondientes a un valor comprendido dentro de unos márgenes de 400 – 430 g / 10 minutos.

30 Se ha encontrado, ahora, el hecho de que, se logra un equilibrio mejorado del módulo de elasticidad (flexión), la resistencia al impacto, las propiedades de tracción, y la temperatura de deflexión por calor (a la cual, en la parte que sigue de este documento, se le hará referencia como HDT – [del inglés, heat deflection temperature]-), procediendo a mezclar cargas y / o pigmentos, con polímeros de propileno, como polimerizados, que tienen unos muy altos 35 valores de MFR (índice de fluidez).

Adicionalmente, además, en comparación con las composiciones conocidas en el arte especializado de técnica, con un bajo valor de índice de fluidez (MFR), las composiciones con un alto valor de índice de fluidez de la presente invención, presentan una mayor capacidad para llenar la cavidad de los moldes, incluso si éstos son de complejos 40 diseños, y conducen a una reducción de los tiempos de ciclo, en las aplicaciones de moldeo por inyección.

El uso de resinas de polipropileno de muy alta fluidez, permiten, también, el cargar mayores cantidades de cargas (de una forma particular, fibras de vidrio), en las composiciones, de tal forma que, dadas las propiedades mecánicas mejoradas, es también posible, el reducir el espesor de los artículos moldeados producidos.

45 En detalle, la presente invención, proporciona composiciones que tienen un alto valor del MFR ó índice de fluidez, medido en concordancia con la norma ISO 1133, con una carga de 2,15 kg, a una temperatura de 230°C, correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde 15 g / 10 minutos, hasta 200 g / 10 minutos, de una forma preferible, de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde 20 g / 10 minutos, hasta 200 g / 10 minutos, y de una forma más preferible, de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde 50 g / 10 minutos, hasta 200 g / 10 minutos, y las cuales comprenden:

- 55 A) un polímero de propileno ó composición de polímero de propileno, seleccionados de entre los homopolímeros o copolímeros de propileno, que contienen un porcentaje de hasta un 5% molar, de una forma preferible, de hasta un 3% molar, de comonomero(s), teniendo, los citados homopolímeros y copolímeros, unos valores de MFR (índice de fluidez), obtenidos sin tratamientos de degradación, que van desde 1200 hasta 2500 g / 10 minutos, siendo éstos, de una forma preferible, de 1500 a 2500 g / 10 minutos, y de una forma preferible, de 1600 a 2500 g / 10 minutos, o combinaciones de dichos homopolímeros o copolímeros;
- 60 B) una carga o pigmento, o sus combinaciones; y, opcionalmente,
- C) de un 0,5% a un 5%, en peso, con respecto al peso total de A), B) ó C), de un compatibilizante.

El MFR (índice de fluidez) de los homopolímeros y copolímeros de propileno del componente (A), se mide, asimismo, en concordancia con la norma ISO 1133, con una carga de 2,16 kg, a una temperatura de 230°C.

65 De una forma preferible, las composiciones de la presente invención, comprenden de una forma preferible, un porcentaje de A), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde un 10% hasta

un 80%, en peso, comprendiendo éstas, de una forma más preferible, un porcentaje de A), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde un 20% hasta un 70%, en peso, y éstas comprenden un porcentaje de B), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde un 20% hasta un 90%, en peso, comprendiendo éstas, de una forma más preferible, un porcentaje de B), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde un 30% hasta un 80%, en peso, con respecto al peso total de A) y B).

Cuando se encuentra también presente el componente C), las composiciones de la presente invención, comprenden de una forma preferible, un porcentaje de A), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde un 10% hasta un 750%, en peso, comprendiendo éstas, de una forma más preferible, un porcentaje de A), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde un 30% hasta un 67%, en peso, y éstas comprenden un porcentaje de B), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde un 20% hasta un 89%, en peso, comprendiendo éstas, de una forma más preferible, un porcentaje de B), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde un 30% hasta un 69%, en peso, y éstas comprenden un porcentaje de C), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde un 0,5% hasta un 5%, en peso, comprendiendo éstas, de una forma más preferible, un porcentaje de C), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde un 0,5% hasta un 3%, en peso, con respecto al peso total de A), B) y C).

El componente A), tal y como se define anteriormente, arriba, es un polímero de propileno o una composición de polímero, que tienen unos valores de índice de fluidez (MFR), incluso mayor que la correspondiente a un valor de 1000 g / 10 minutos. Adicionalmente, además, tales valores de MFR ó índice de fluidez, se obtienen sin ningún tratamiento de degradación. En otras palabras, el componente A), está fabricado a base de polímeros de propileno, como polimerizados, los cuales no se someten, después de la polimerización, a ningún tratamiento capaz de cambiar, substancialmente, los valores de MFR ó índice de fluidez. Así, de este modo, también, los pesos moleculares del componente A) son, substancialmente, aquéllos que se obtienen directamente en el proceso de polimerización utilizado para preparar los polímeros de propileno.

Tal y como se mostrará en los ejemplos, el equilibrio muy ventajoso de propiedades de las composiciones de la presente invención, no se logra, cuando los citados valores de índice de fluidez (MFR), se obtienen mediante la degradación (rotura de la viscosidad) de los polímeros de propileno que tienen valores de índice de fluidez (MFR) más bajos.

Típicamente, los comonómeros, en los copolímeros de propileno, los cuales pueden encontrarse presentes en el componente A), se seleccionan de entre el etileno y / o las  $\alpha$ -olefinas  $C_1$ - $C_8$ , tales como, por ejemplo, el buteno-1, el penteno-1, el 4-metilpenteno-1, el hexeno-1 y el octeno-1. Los comonómeros preferidos, son el etileno y el buteno-1.

Todos los polímeros y copolímeros de propileno del componente A), pueden prepararse mediante la utilización de un sistema de catalizadores a base de un catalizador de Ziegler – Natta, o de un catalizador a base de metaloceno, en el proceso de polimerización.

Los citados catalizadores y los procedimientos de polimerización, son conocidos, en el arte especializado de la técnica.

Pueden utilizarse reguladores del peso molecular, convencionales, que son conocidos, en el arte especializado de la técnica, tales como los consistentes en agentes de transferencia de cadena (como, por ejemplo, hidrógeno ó  $ZnEt_2$ ).

Los ejemplos preferidos de catalizadores de Ziegler Natta, son los sistemas catalizadores soportados, los cuales comprenden un haluro ó alcoholato de halógeno, de Ti, y opcionalmente, un compuesto donante de electrones, soportado sobre cloruro magnésico anhidro. Los catalizadores que tienen las características anteriormente mencionados, arriba, se conocen bien, en la literatura de las patentes; son particularmente ventajosas, los catalizadores descritos en el documento de patente estadounidense USP 4.399.054 y en el documento de solicitud de patente europea EP-A-45 977. Otros ejemplos, son los que se pueden encontrar en el documento de patente estadounidense USP 4.472.524.

Los ejemplos de catalizadores de Ziegler-Natta, y de los procedimientos de polimerización apropiados para la preparación de los polímeros de propileno del componente A), se dan a conocer, en el documento de patente europea EP 0622 380.

De una forma preferible, cuando los polímeros de propileno del componente A), se preparan con catalizadores de Ziegler-Natta, esto tienen un MRF (índice de fluidez), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 600 a 1000 g / 10 minutos, unos valores de Mw (peso molecular medio, referido a peso), correspondientes a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde 100.000 hasta 60.000, y a un índice de fluidez (MFI), mayor de 1000 g / 10 minutos, unos valores de Mz (peso molecular promedio z), mayores de, o iguales a 140.000, tal y como se da a conocer, en el citado documento de patente europea EP 0 622 380.

Otras características preferidas, para los citados polímeros de propileno, preparados con catalizadores de Ziegler-Natta, son:

- Valores de Mz/Mw de 2,5 a 2,8;

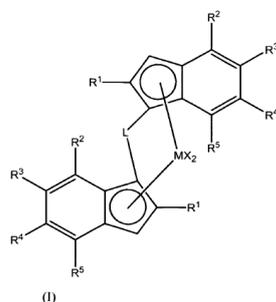
- 5 - Índice de isotoxicidad, en términos de fracción en peso, insoluble en xileno, a la temperatura ambiente (aproximadamente 25°C), mayor o igual a un porcentaje del 95%, de una forma preferible, mayor de un porcentaje del 97%.

De una forma preferible, los polímeros de propileno del componente A), se obtienen directamente, en la polimerización, en presencia de un sistema catalizador a base de metaloceno.

10 Las condiciones de polimerización, de una forma general, no necesitan ser diferentes de las correspondientes a aquéllas que se utilizan con los catalizadores de Ziegler-Natta.

15 El sistema catalizador a base de metaloceno, preferido, es susceptible de poderse obtener, procediendo a poner en contacto:

a) un catalizador de metaloceno de la fórmula (I)



en donde,

M, es un metal de transición, que pertenece al grupo 3, 4, 5 –o 6, de los grupos lantánidos o de los grupos actínidos, en la Tabla Periódica de los Elementos; de una forma preferible, M, es titanio, zirconio, ó hafnio;

35 X, iguales o diferentes, son átomos de hidrógeno, átomos de halógeno, o grupos R, OR, OSO<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>, OCOR, SR, NR<sub>2</sub>, ó PR<sub>2</sub>, en donde, R, son radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>40</sub>, alqueniilo C<sub>2</sub>-C<sub>40</sub>, alquinilo C<sub>2</sub>-C<sub>40</sub>, arilo C<sub>6</sub>-C<sub>40</sub>, alquilarilo C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>, ó arilalquilo C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>, cíclicos o acíclicos, lineales o ramificados; que contienen opcionalmente, heteroátomos que pertenecen a los grupos 13 – 17 de la Tabla Periódica de los Elementos; de una forma preferible, R, es un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, lineal o ramificado, o dos X, pueden formar, opcionalmente, un radical butadienilo, sustituido o insustituido, o un grupo OR'O, en donde, R', es un radical divalente, seleccionado de entre los radicales alquilideno C<sub>1</sub>-C<sub>40</sub>, arilideno C<sub>6</sub>-C<sub>40</sub>, alquilarilideno C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>, y arilalquilideno C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>; de una forma preferible, X, es un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, o un grupo R; de una forma preferible, X, es cloro ó un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, tal como los radicales metilo, etilo ó etilo.

45 L, es un radical hidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>40</sub>, divalente, que contiene, opcionalmente, heteroátomos que pertenecen a los grupos 13 a 17 de la Tabla Periódica de los Elementos, o un radical silideno divalente, que contiene hasta 5 átomos de silicio; de una forma preferible, L, es grupo de puente, divalente, seleccionado de entre los radicales alquilideno C<sub>1</sub>-C<sub>40</sub>, cicloalquilideno C<sub>3</sub>-C<sub>40</sub>, arilideno C<sub>6</sub>-C<sub>40</sub>, alquilarilideno C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>, ó arilalquilideno C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>, que contiene, opcionalmente, heteroátomos pertenecientes a los grupos 13 – 17, de la Tabla Periódica de los Elementos, y un radical silieno, que contiene hasta 5 átomos de silicona, tal como SiMe<sub>2</sub>, SiPh<sub>2</sub>; de una forma preferible, L, es un grupo (Z(R''))<sub>2</sub>n, en donde, Z, es un átomo de carbono o de silicio, n, es 1 ó 2, y R'', es un radical hidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, que contiene, opcionalmente, heteroátomos que pertenecen a los grupos 13 – 17 de la Tabla Periódica de los Elementos; R'', es un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, alqueniilo C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>, alquinilo C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>, arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub>, alquilarilo C<sub>7</sub>-C<sub>20</sub>, ó arilalquilo C<sub>7</sub>-C<sub>20</sub>, cíclico ó acíclico, lineal o ramificado; que contiene opcionalmente, heteroátomos que pertenecen a los grupos 13 – 17 de la Tabla Periódica de los Elementos; de una forma preferible, el grupo (Z(R''))<sub>2</sub>n, es Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, SiPh<sub>2</sub>, SiPhMe, SiMe(SiMe<sub>3</sub>), CH<sub>2</sub>, (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>, y C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; de una forma todavía más preferible, (Z(R''))<sub>2</sub>n, es Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>;

55 R<sup>1</sup>, es un radical hidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>40</sub>, que contiene, opcionalmente, heteroátomos que pertenecen a los grupos 13 – 17 de la Tabla Periódica de los Elementos; de una forma preferible, R<sup>1</sup>, es un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>40</sub>, alqueniilo C<sub>2</sub>-C<sub>40</sub>, alquinilo C<sub>2</sub>-C<sub>40</sub>, arilo C<sub>6</sub>-C<sub>40</sub>, alquilarilo C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>, ó arilalquilo C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>, cíclico o acíclico, lineal o ramificado; que contiene opcionalmente, heteroátomos que pertenecen a los grupos 13 – 17 de la Tabla Periódica de los Elementos; de una forma preferible, R<sup>1</sup>, es un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, lineal o ramificado, saturado o insaturado.

60 R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup>, iguales o diferentes las unas con respecto a la otras, son átomos de hidrógeno, ó radicales hidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>40</sub>, que contienen, opcionalmente, heteroátomos que pertenecen a los grupos 13 – 17 de la Tabla Periódica de los Elementos; o dos grupos R de entre R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup>, forman un anillo C<sub>4</sub>-C<sub>7</sub>, el cual puede encontrarse saturado o insaturado, el cual contiene, opcionalmente, heteroátomos que pertenecen a los grupos 14 – 16 de la Tabla Periódica de los Elementos; el anillo formado, puede portar sustituyentes hidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>.

b) por lo menos un compuesto, es capaz de formar un catión de alquilmetaloceno.

Los alumoxanos, se consideran como siendo compuestos cíclicos, lineales o ramificados, que contienen por lo menos un grupo del tipo

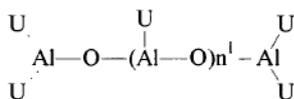
5



10 en donde, los sustituyentes U, iguales o diferentes, son átomos de hidrógeno, átomos de halógeno, radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, cicloalquilo C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>, arilo C<sub>6</sub>-C<sub>40</sub>, alquilarilo C<sub>7</sub>-C<sub>20</sub>, ó arilalquilo C<sub>7</sub>-C<sub>20</sub>, los cuales contienen, opcionalmente, átomos de silicio o de germanio, con la condición de que, por lo menos una U, sea diferente de halógeno.

De una forma particular, los alumoxanos de la fórmula

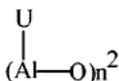
15



20

pueden utilizarse, en el caso de compuestos lineales, en donde, n<sup>1</sup>, sea 0 ó un número entero que va de 1 a 40, y los sustituyentes U, son tal y como éstos se han definido anteriormente, arriba; o puede utilizarse alumoxanos de la fórmula:

25



30

en el caso de compuestos cíclicos, en donde, n<sup>2</sup>, es un número entero de 2 a 40, y los sustituyentes U, se definen de la misma forma que se ha definido anteriormente, arriba.

Un ejemplo específico de compuesto de metaloceno a), es el dicloruro de rac-dimetilsililbis(2-metil-4,5-benzo-indenil)-zirconio,

35

Los ejemplos de alumoxanos específicos, son el metilalumoxano (MAO), el tetra-(isobutil)alumoxano (TIBAO), el tetra-(2,4,4-trimetil-pentil)alumoxano (TIOAO), el tetra-(2,3-dimetilbutil)alumoxano (TDMBAO), y el tetra-(2,3,3-trimetilbutil)alumoxano (TTMBAO).

40 Los ejemplos de compuestos capaces de formar un catión de alquilmetaloceno, son los compuestos de la fórmula D<sup>+</sup>E<sup>-</sup>, en donde, D<sup>+</sup>, es un ácido de Bronsted, capaz de donar un protón y de reaccionar, de una forma irreversible, con un sustituyente X del metaloceno de la fórmula (I), y E<sup>-</sup>, es un anión compatible, el cual es capaz de estabilizar las especies catalíticas que se originan a partir de la reacción entre dos componentes, y el cual es lo suficientemente lábil, como para eliminarse mediante un monómero olefínico. De una forma preferible, el anión E<sup>-</sup>, es un anión de la fórmula BAr<sub>4</sub>, en donde, los sustituyentes Ar, los cuales pueden ser iguales o diferentes, son radicales alquilo, tales como fenilo, pentafluorofenilo, ó bis(trifluorometil)fenilo. El borato de tetrakis-pentafluorofenilo, es un compuesto particularmente preferido, según se describe en el documento de patente internacional WO 92 / 02 012. Adicionalmente, además, pueden utilizarse, de una forma conveniente, los compuestos de la fórmula BAr<sub>3</sub>. Los compuestos de este tipo, se describen, por ejemplo, en el documento de solicitud de patente internacional WO 92 /00 333. Otros ejemplos de compuestos capaces de formar un catión de alquilmetaloceno, con los compuestos de la fórmula BAr<sub>3</sub>P, en donde, P, es radical pirrol, sustituido o insustituido. Estos compuestos, se encuentran descritos en el documento de patente internacional WO 01 / 62 764. Todos estos compuestos que contienen átomos de boro, pueden utilizarse en un factor de relación molar, entre el boro y metal de metaloceno, correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre aproximadamente 1 : 1 y aproximadamente 10 : 1, siendo dicho factor de relación, de una forma preferible, el correspondiente a un valor situado entre aproximadamente 1 : 1 y 2 : 1, siendo éste, de una forma preferible, el correspondiente a un valor de 1 : 1.

55

Otras características preferidas de los citados polímeros de propileno, preparados con el sistema catalizador a base de metaloceno, son:

- una distribución del peso molecular Mw/Mn, inferior a un valor de 4; de una forma preferible, inferior a un valor de 3; y de una forma mayormente preferible, inferior a un valor de 2,7;
- pentadas isotácticas (mmmm), medidas con <sup>13</sup>C-NMR, mayores de un 90%, de una forma preferible, mayores de un 92%;

60

- solubles en xileno, a una temperatura de 25°C, inferiores a un 2%, en peso, de una forma preferible, inferiores a un 1,6%, en peso;
- punto de fusión, medido mediante DSC, mayor de un valor de 143°C.

5 El componente B) a ser utilizado en las composiciones de la presente invención, puede ser orgánico o inorgánico.

Se prefieren las fibras, de los dos tipos, orgánicas e inorgánicas, y las cargas inorgánicas (diferentes de las fibras), tales como los copos o escamas metálicas, los copos o escamas de vidrio, el vidrio molido, las esferas de vidrio, y las cargas minerales, tales como el talco, el carbonato cálcico, la mica, la wollastonita o los silicatos en general, el

10 caolín, el sulfato bórico, los óxidos y los hidróxidos metálicos.

Otra carga apropiada, es la harina de madera.

Los pigmentos, incluyen a las sustancias inorgánicas, tales como el negro de carbón (negro de humo), TiO<sub>2</sub>, ZnO, óxidos de cromo, óxidos de hierro, pigmentos azóicos, ftalocianinas, quinacridonas, pigmentos de perileno, deriva-

15 dos de naftaleno, isoindolinas, pigmentos de antraquinona.

Las fibras apropiadas para la presente invención, incluye a las fibras fabricadas a base de vidrio, metal, cerámicas, grafito, y polímeros, tales como los poliésteres y los nylons, como, por ejemplo, las aramidias, en forma de filamen-

20 tos, encontrándose, todas ellas, comercialmente disponibles en el mercado.

Se prefieren las fibras de vidrio.

Las fibras de vidrio, pueden ser tanto fibras de vidrio cortadas, como también, fibras de vidrio largas, o bien éstas pueden ser en forma de fibras de filamentos continuos, si bien, no obstante, se da preferencia a uso de fibras de

25 vidrio cortadas, también conocidas como fibras cortas o bien como filamentos cortados.

De una forma general, las fibras de vidrio, pueden tener una longitud comprendida dentro de unos márgenes que van desde 1 a 50 mm

30 Las fibras cortadas o cortas utilizadas en las composiciones de la presente invención, tienen, de una forma preferible, una longitud correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 1 a 6 mm, de una forma más preferible, dentro de unos márgenes que van de 3 a 4,5 mm, y un diámetro de partícula correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 10 a 20 µm, de una forma preferible, de 12 a 14 µm.

35 Tal y como se ha mencionado previamente, arriba, las composiciones de polipropileno de la presente invención, pueden también comprender un compatibilizador C).

Un tipo que puede utilizarse, es el consistente los compuestos de bajo peso molecular que tienen grupos reactivos polares, los cuales sirven para convertir a las cargas y a los pigmentos en menos hidrofílicos y, así, por lo tanto, en más compatibles con el polímero. Los compuestos apropiados son, por ejemplo, silanos, tales como los aminosilanos, los epoxisilanos, los amidosilanos, o los acrilosilanos.

40

No obstante, los compatibilizantes preferidos, comprenden un polímero modificado (funcionizado) y, opcionalmente, un compuesto de bajo peso molecular, que tenga grupos polares reactivos. Los polímeros de olefina modificados, de una forma particular, los homopolímeros y copolímeros de propileno, como los polímeros de etileno y de propileno, con éstos mismos, o con otras alfaolefinas, son los mayormente preferidos, ya que, éstos, son altamente compatibles con el componente A) de las composiciones de la presente invención. Puede también utilizarse, asimismo, polietileno modificado.

45

En términos de estructura, los polímeros modificados, se seleccionan, de una forma preferible, de entre los copolímeros de injerto o los copolímeros de bloque.

50

En este contexto, se da preferencia a los polímeros modificados, los cuales comprenden grupos que se derivan de los compuesto polares, seleccionados, de una forma particular, de entre los anhídridos de ácidos, los ácidos carboxílicos, los derivados del ácido carboxílico, las aminas primarias y secundarias, los compuestos hidroxílicos, la oxalina y los compuestos iónicos.

55

Los ejemplos específicos de los citados compuestos polares, son los anhídridos cíclicos insaturados, y sus diésteres alifáticos, y los derivados de diácidos. De una forma particular, se puede utilizar anhídrido maléico, y compuestos seleccionados de entre maleatos de dialquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, lineales o ramificados, fumaratos de dialquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, lineales o ramificados, anhídrido itacónico, ésteres de dialquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, del ácido itacónico, lineales y ramificados, ácido maléico, ácido fumárico, ácido itacónico, y mezclas de entre éstos.

60

Se da una preferencia particular, al uso de un polímero de propileno, injertado con anhídrido maléico, como polímero modificado.

65

- El compuesto de bajo peso molecular, sirve para acoplar la carga o el pigmento al polímero modificado, y así, de este modo, para unirlo, de una forma segura, al compuesto de polímero de propileno A). Éstos son, usualmente, compuestos bifuncionales, en cuyo caso, un grupo funcional, puede entrar en una interacción de enlace con la carga o pigmento, y el segundo grupo funcional, puede entrar en una interacción de enlace o unión, con el polímero modificado. El compuesto de reducido peso molecular es, de una forma preferible, un amino- ó epoxisilano, siendo éste, de una forma preferible, aminosilano.
- Cuando la carga B) comprende fibras de vidrio, los aminosilanos, se unen, con los grupos hidroxilo del silano, a la fibra de vidrio, mientras que, los grupos amino, forman un enlace estable de amina, como por ejemplo, con el propileno injertado con anhídrido maléico.
- Es particularmente ventajoso, el aplicar el compuesto de bajo peso molecular, a las fibras de vidrio, antes de que éste se incorpore en la composición.
- El polímero modificado, puede producirse de una forma fácil, mediante la extrusión reactiva del polímero, por ejemplo, con anhídrido maléico, en presencia de generadores de radicales libres (tales como los peróxidos orgánicos), tal y como se da a conocer, por ejemplo, en el documento de patente europea EP 0 572 028.
- La cantidades preferidas de los grupos que derivan de los compuestos polares, en los polímeros modificados, son las correspondientes a un valor comprendido dentro unos márgenes de porcentajes, que van desde un 0,5% hasta un 3%, en peso.
- Los valores preferidos de MFR (índice de fluidez), para los polímeros modificados, son los correspondientes a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde 5 g/10 minutos hasta 400 g/10 minutos.
- Es también posible, la utilización de una mezcla matriz (masterbatch), la cual comprenda las cargas y / o los pigmentos, y el compatibilizante, en una forma premezclada.
- Las composiciones de polipropileno en concordancia con la presente invención, son susceptibles de poderse obtener mediante la fusión y el mezclado de los componentes, y la mezcla en cuestión, se efectúa en un aparato de mezcla, a unas temperaturas, las cuales, de una forma general, son de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 180°C hasta los 320°C, de una forma preferible, de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 200°C hasta los 280°C, y de una forma más preferible, de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 200°C hasta los 320°C.
- Para este propósito, pueden utilizarse cualesquiera aparatos y tecnología que sean conocidos en el arte especializado de la técnica.
- Los aparatos de mezcla de utilidad, en este contexto son, de una forma particular, extrusionadoras o amasadoras y, se da a una importancia particular, a las extrusionadoras de doble husillo helicoidal. Es también posible, el proceder a una premezcla de los componentes, a la temperatura ambiente, en un aparato de mezcla.
- Se da preferencia, a fundir, inicialmente, el componente A, y opcionalmente, el componente C) y, subsiguientemente, mezclar el componente B), con el fundente, con objeto de reducir la abrasión en el aparato de mezcla y la rotura de las fibras (cuando se utilizan fibras como carga).
- Durante la preparación de las composiciones de polipropileno de la presente invención, aparte de los dos componentes principales A) y B), y de los posibles agentes compatibilizantes C), es posible la introducción de aditivos, usualmente empleados en el arte especializado de la técnica, tales como los agentes estabilizantes (contra el calor, contra la luz, contra la radiación UV), los plastificantes, los agentes antiestáticos y los agentes repelentes del agua.
- Las características particularmente preferidas, para las composiciones de la presente invención, son:
- Densidad: de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 1,1 a 4,5 kg/dm<sup>3</sup>, de una forma preferible, de 1,1 a 1,8 kg/dm<sup>3</sup>;
  - Módulo de elasticidad (a la flexión): de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 2500 a 19000 MPa, de una forma más preferible, de 5000 a 16000 MPa;
  - Módulo de elasticidad (a la tracción): de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 2500 a 20000 MPa, de una forma más preferible, de 5000 a 17000 MPa.
  - Test de ensayo de Charpy, sin entalladura, a una temperatura de 23°C: obtención de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 30 a 200 kJ/m<sup>2</sup>, de una forma más preferible, de 35 a 65 kJ/m<sup>2</sup>;
  - Test de ensayo de Charpy, sin entalladura, a una temperatura de -30°C: obtención de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 30 a 150 kJ/m<sup>2</sup>, de una forma más preferible, de 40 a 65 kJ/m<sup>2</sup>;
  - Test de ensayo de Charpy, con entalladura, a una temperatura de 23°C: obtención de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 5 a 200 kJ/m<sup>2</sup>, de una forma más preferible, de 10 a 20 kJ/m<sup>2</sup>;

- Test de ensayo de Charpy, con entalladura, a una temperatura de -30°C: obtención de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 5 a 150 kJ/m<sup>2</sup>, de una forma más preferible, de 8 a 25 kJ/m<sup>2</sup>;
  - Resistencia a la tracción, a la rotura: de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de un 50 a 150 MPa, de una forma más preferible, de 80 a 135 MPa;
  - 5 - Alargamiento a la rotura: de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de un 1% a un 200%, de una forma más preferible, de un 1 a un 3%;
  - HDT a 1,82 MPa: de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 60°C a 155°C, de una forma más preferible, de 135°C a 155°C.
- 10 Cuando se utilizan cargas que sean diferentes a las fibras de vidrio, las características preferidas de la presente invención, son:
- Densidad: de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 1,1 a 4,5 kg/dm<sup>3</sup>, de una forma preferible, de 1,1 a 1,9 kg/dm<sup>3</sup>;
  - Módulo de elasticidad (a la flexión): de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 2500 a 12000
  - 15 MPa, de una forma más preferible, de 4000 a 10000 MPa;
  - Módulo de elasticidad (a la tracción): de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 2500 a 20000 MPa, de una forma más preferible, de 5000 a 10000 MPa.
  - Test de ensayo de Charpy, sin entalladura, a una temperatura de 23°C: obtención de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 2 a 15 kJ/m<sup>2</sup>, de una forma más preferible, de 3 a 12 kJ/m<sup>2</sup>;
  - 20 - Test de ensayo de Charpy, con entalladura, a una temperatura de 23°C: obtención de un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 1 a 10 kJ/m<sup>2</sup>, de una forma más preferible, de 1 a 7 kJ/m<sup>2</sup>.

Debido a su favorable equilibrio de propiedades, las composiciones de la presente invención, pueden utilizarse en muchas aplicaciones, tales como las de artículos moldeados por inyección, de una forma particular, partes o piezas para el automóvil, para aplicaciones eléctricas, para muebles, o para artículos conformados en general, de una forma particular, hojas, partes para aplicaciones eléctricas, muebles, artículos de uso doméstico, o como mezclas matrices hiper-cargadas.

De una forma particular, cuando la cantidad de componente B es particularmente alta, de una forma indicativa, de un valor correspondiente a un porcentaje comprendido dentro de unos márgenes que van de un 60 a un 90%, en peso, con respecto al peso total de A y B), las composiciones de la presente invención, pueden también utilizarse, de una forma ventajosa, como concentrados, con objeto de introducir cargas y / o pigmentos, en composiciones de polímeros, de una forma particular, composiciones de poliolefina, procediendo a mezclarlas con polímeros adicionales, con objeto de obtener un artículo moldeado, con un contenido de cargas y módulos en concordancia con las necesidades.

Los ejemplos que se facilitan a continuación, más abajo, se proporcionan para propósitos ilustrativos, pero no limitativos.

40 Los procedimientos analíticos que se facilitan abajo, a continuación, se utilizan para determinar las propiedades reportadas en la descripción y en los ejemplos.

Índice de fluidez (Índice de fluidez de fundente – MFR -): ISO 1133, con una carga de 2,16 kg, a una temperatura de 230°C;

45 Viscosidad intrínseca: Medida en tetrahidronaftaleno, a una temperatura de 135°C.

Densidad: ISO 1183;

Módulo de elasticidad (a la flexión)(secante): ISO 178, sobre especímenes rectangulares, de una dimensiones de 80 x 10 x 4 mm, a partir de barras T, según la norma ISO527-1, tipo 1A;

50 Módulo de elasticidad (a la tracción)(secante): ISO 527/-1, -2, sobre especímenes del tipo 1A, con una velocidad de 1 mm/minuto, y una extensión (luz) de 50 mm;

Test de ensayo de Charpy, sin entalladura: ISO 179 (tipo 1, a modo de cortes), sobre especímenes rectangulares, de unas dimensiones de 80 x 10 x 4 mm, a partir de barras T, según la norma ISO527-1, tipo 1A;

Test de ensayo de Charpy, con entalladura: ISO 179 (tipo 1, a modo de cortes, Entalladura A), sobre especímenes rectangulares, de unas dimensiones de 80 x 10 x 4 mm, a partir de barras T, según la norma ISO527-1, tipo 1A;

55 Resistencia a tracción, a la rotura: ISO 527/-1, -2, sobre especímenes del tipo 1A, con una velocidad de 1 mm/minuto, y una extensión (luz) de 50 mm;

Alargamiento a la tensión, a la rotura: ISO 527/-1, -2, sobre especímenes del tipo 1A, con una velocidad de 1 mm/minuto, y una extensión (luz) de 50 mm;

HDT (1,80 MPa): (temperatura de deflexión por calor: ISO 75A-1, -2, sobre especímenes cláusula 6.

60 Preparaciones de las barras T (moldeadas por inyección)

Los especímenes de test de ensayo, se moldean por inyección, en concordancia con el procedimiento de test de ensayo correspondiente a la norma ISO 1873-2 (1989).

65

Determinación del índice de isotacticidad (solubilidad en xileno, a la temperatura ambiente, en porcentaje en peso – [% en peso] -)

5 Se procede a introducir 2,5 g de polímero y 250 cm<sup>3</sup> de xileno, en un matraz de vidrio, equipado con un refrigerador y un agitador magnético. La temperatura, se eleva, en un transcurso de tiempo de 30 minutos, a la temperatura de ebullición del disolvente. La solución clara de esta forma obtenida, se mantiene, a continuación, a reflujo, y se agita durante un transcurso de tiempo adicional de 30 minutos. Se procede, a continuación, a mantener el matraz, cerrado, durante un transcurso de tiempo de 30 minutos, en un baño de hielo, y agua, y después, en baño de agua, controlado por termostato, a una temperatura de 25°C, también, durante un transcurso de tiempo de 30 minutos. El sólido de esta forma formado, se filtra sobre papel de filtro rápido. A continuación, se vierten 100 cm<sup>3</sup> del líquido filtrado, en un recipiente contenedor de aluminio, el cual se ha pesado previamente, y el cual se calienta en una placa de calor, bajo flujo de nitrógeno, con objeto de eliminar el disolvente, mediante evaporación. Se procede, a continuación, a mantener el recipiente contenedor, en un horno, a una temperatura de 80°C, bajo la acción del vacío, hasta que se obtiene un peso constante. Después, se calcula el porcentaje en peso del polímero soluble en xileno, a la temperatura ambiente.

El porcentaje en peso del polímero soluble en xileno, a la temperatura ambiente, se considera como el índice de isotacticidad del polímero.

20 Determinación de la MWD (distribución del peso molecular)

Los valores del Mn (peso molecular medio, numérico), y del Mw (peso molecular medio, referido a peso), se miden mediante cromatografía de permeación en gel (GPC), a una temperatura de 145°C, utilizando un instrumento de la marca y tipo Alliance GPCV 2000 (de la firma Waters), equipado con dos columnas de lecho mezclado del tipo TosohHass GMHXL-HT, que tiene un tamaño de partícula de 13 µm. Las dimensiones de las columnas, son de 300 x 7,8 mm. La fase móvil utilizada, es 1,2,4-triclorobenceno (TCB) destilado al vacío, y el caudal de flujo, se mantiene a un valor de 1,0 ml/minuto. La solución de la muestra, se prepara mediante el calentamiento de la muestra, bajo la acción del vacío, a una temperatura de 145°C, en TCB, durante un transcurso de tiempo de dos horas. La concentración, es de 1 mg/ml. Con objeto de evitar la degradación, se procede a añadir 0,1 g/l de 2,6-di-tert.-butil-p-cresol. Se inyectan 326,5 µl de solución, al interior del equipo de columna. Se obtiene una curva de calibración, utilizando 10 muestras estándar de poliéter (equipo a modo de kit, del tipo EasiCarl kit, de la firma Polymer Laboratories), con unos pesos moleculares correspondientes a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van de 580 a 7500000; adicionalmente, además, se incluyen los otros dos patrones estándar con pesos moleculares pico de 11600000 y 13200000, procedentes del mismo fabricante. Se asume el hecho de que, los valores K de la relación de Mark-Houwink, son:

$K = 1,21 \times 10^{-4} \text{ dl/g}$  y  $\alpha = 0,706$ , para los patrones estándar de poliestireno;

$K = 1,90 \times 10^{-4} \text{ dL/g}$  y  $\alpha = 0,725$ , para las muestras de polipropileno;

$K = 1,93 \times 10^{-4} \text{ dl/g}$  y  $\alpha = 0,725$ , para las muestras de copolímero de propileno.

40 Se utiliza un tercer ajuste polinómico para interpolar los datos experimentales y para obtener la curva de calibrado. La adquisición y procesamiento de datos, se realiza mediante la utilización de un sistema del tipo Empower 1,0, con opción de GPCV, de procedencia de la firma Waters.

45 Temperatura de fusión

Se determina mediante DSC, en concordancia con la norma ISO 3146, con una tasa de calentamiento correspondiente a un valor de 20K por minutos.

50 <sup>13</sup>C-NMR (para polímeros de propileno producidos con metaloceno)

Análisis de NMR. Se adquieren espectros de <sup>13</sup>C-NMR, de PP, en un espectrómetro del tipo DPX-400, que opera a 100,61 MHz, en el modo de transformación de Fourier, a una temperatura de 120°C. El pico de la pentada de carbono mmmm, se utilizan, como referencia interna, a 12,8 ppm, y 29,9 ppm, respectivamente. Las muestras, se disuelven en 1,1,2,2-tetracloroetano-d<sub>2</sub>, a una temperatura de 120°C, con una concentración del 8% (peso/volumen), en un tubo de 5 mm. Cada espectro, se adquiere con una pulsación de 90°, 12 segundos de demora entre impulsos, y CPD (WALTZ 16), para eliminar el acoplamiento 1H-13C. Se almacenan aproximadamente 2500 transitorios (traseúntes), en 23 k puntos de datos, utilizando un ventaja espectral de 6000 Hz.

60 Las asignaciones de espectros PP, se realizan en concordancia con la "Selectivity in Propylene Polymerization with Metallocene Catalysts", - Selectividad en la polimerización de propileno, con catalizadores de metaloceno -, L. Resconi, L. Cavallo, A. Fait, F. Piemontesi, Chem. Rev., 100, 1253 (2000)).

65 El contenido de mmmm, se obtiene modelando la distribución experimental de pentadas, con el modelo enantiomérico. El contenido en mmmm de PP con un alto contenido de errores 2,1 (E) y 1,3 (H), se obtiene como:

$$[m m m m] = 100(\Sigma[\text{CH}_3] - 5[m r r m] - 5[E] - 5[H]) / \Sigma[\text{CH}_3]$$

en donde,  $\Sigma[\text{CH}_3]$ , es la suma de todos los grupos  $\text{CH}_3$ .

5 El contenido de errores 2,1 y 3,1, se obtiene como

$$[E] = 100(E_9 / \Sigma[\text{CH}_2])$$

$$[H] = 100(0,5H_2 / \Sigma[\text{CH}_2])$$

10 en donde,  $E_9$ , es el pico a 42,14 ppm,  $H_2$ , es el pico a 30,82 ppm y  $\Sigma[\text{CH}_2]$ , es la suma de los grupos  $\text{CH}_2$ .

### Ejemplos 1 y 2 y ejemplos comparativos 1 y 2

Como componentes A), B) y C), se utilizan los siguientes materiales.

15

#### Componente A

PP-1: Homopolímero de propileno, con un índice de fluidez (MFR) de 550 g/10 minutos, Mw/Mn de 2,3, y un índice de isotacticidad en xileno, a la temperatura ambiente, de un 98,7% (pentadas isotácticas (m m m m) mayor de un 92%), una temperatura de fusión, medida mediante DSC, de 145,3°C, una viscosidad intrínseca de 0,69 dl/g, en forma de gránulos (granza);

PP-2: Homopolímero de propileno, con un índice de fluidez (MFR) de 2300 g/10 minutos, Mw/Mn de 2,6, y un índice de isotacticidad del 98,5%, una temperatura de fusión, medida mediante DSC, de 146°C, una viscosidad intrínseca de 0,47, en forma de gránulos (granza);

25 PP-3: Homopolímero de propileno, con un índice de fluidez (MFR) de 12 g/10 minutos, Mw/Mn de 5,4 y un índice de isotacticidad del 96,7%, en forma de gránulos (granza);

PP-4: Homopolímero de propileno, con un índice de fluidez (MFR) de 800 g/10 minutos, Mw/Mn de 4,3 y un índice de isotacticidad del 96,7%, en forma esférica, con una rotura de la viscosidad ("visbranking") a partir de un índice de fluidez (MFR) de 400.

30

Los PP-1 y PP-2, se obtienen con un sistema catalizador preparado según se describe en el documento prioridad / de patente europea PCT / EP2004/007061, mediante la utilización de dicloruro de rac-dimetilsililbis(2-metil-4,5,benzo-indenil)-zirconio.

35 El sistema catalizador, es en forma de un lodo catalizador obtenido según se describe en el documento prioridad / de patente europea PCT / EP2004/007061, se introduce en un recipiente de pre-contacto, en el cual éste se diluye, con un caudal de aproximadamente 5 kg/hora de propano. Desde el recipiente de contacto, el sistema de catalizador, se introduce en un bucle de prepolimerización, en el cual se introduce propileno, de una forma simultánea. El tiempo de permanencia del catalizador, en el bucle de prepolimerización, es de 8 minutos. El catalizador prepolimerizado

40 obtenido en el bucle de prepolimerización, se introduce, a continuación, de una forma continua, en un reactor de bucle, en el cual, el propileno, se introduce a una tasa correspondiente a un caudal de 329 kg/h, en el caso del PP-1, y a 340 kg/h, en el caso del PP-2. La temperatura de polimerización, es de 70°C. El polímero, se descarga desde el reactor de bucle,, se separa del monómero no reaccionado, y se seca. El índice de fluidez (MFR) del producto, se controla mediante la alimentación en hidrógeno, a ser ajustada, para conseguir el índice de fluidez (MFR) requerido

45 del polímero. En el caso del PP-1, la concentración de hidrógeno, es de 550 ppm, y en el caso del PP-2, ésta es de 1080 ppm.

#### Componente B)

50 GF: Fibras de vidrio el tipo Glass Fibers White ECS O3T 480 (Nippon Electric Glass Company Ltd), con un longitud de las fibras de 3 mm y un diámetro de 13  $\mu\text{m}$ .

#### Componente C)

55 PP-MA: Homopolímero de propileno, injertado con anhídrido maléico (MA), con un índice de fluidez (MFR) de 115 g / 10 minutos, y un contenido de MA de un 1%, en peso (Polybond 3200, comercialmente disponible en el mercado, de procedencia de la firma Chemtura).

60 El componente A), contiene, también, un porcentaje de aproximadamente un 0,3%, en peso, de aditivos antioxidantes convencionales. Las composiciones, se preparan mediante extrusión, utilizando una extrusora de doble husillo helicoidal, de la marca y modelo Werner&Pfleiderer ZSK40SC.

Esta línea, tiene una longitud del proceso, de aproximadamente 43 L/D, y se encuentra provista de alimentadores gravimétricos. Los componentes A) y C), se introducen en el primer tambor, y el componente B), se introduce en el quinto tambor, vía una alimentación lateral forzada.

65

Para formar los gránulos (granza), se utiliza una placa de matriz de trenza, con una bañó de refrigeración y una cuchilla del tipo Scheer SGS100; se aplica, también, desgasificado mediante vacío (tambor nº 8), para extraer los gases o vapores y los productos de descomposición.

5 Condiciones de la tirada:

Velocidad del husillo helicoidal: 200 revoluciones por minuto;

Capacidad: 50 – 60 kg/h;

Temperatura del tambor: 200 – 220°C

10 Las propiedades finales de la composición de esta forma obtenida, se encuentran recopiladas en la Tabla I, conjuntamente con las cantidades relativas de los componentes.

Tabla I

Nº de ejemplo	1*	2	Comp. 1	Comp. 2
<b>COMPONENTES (% en peso)</b>				
PP-1	47,5			
PP-2		47,5		
PP-3			47,5	
PP-4				47,5
GF	50	50	50	50
PP-MA	2,5	2,5	2,5	2,5
<b>PROPIEDADES</b>				
MFR (dg/minuto)	1	150	2,6	23,5
Densidad (kg/dm <sup>3</sup> )	1,239	1,318	1,336	1,329
Módulo de elasticidad (flexión) (MPa)	11350	11120	10850	11240
Módulo de elasticidad (tracción) (MPa)	12060	11320	11410	11570
Test de ensayo de Charpy, sin entalladura, a 23°C (kJ/m <sup>2</sup> )	58	57	46,6	43
Test de ensayo de Charpy, sin entalladura, a -30°C (kJ/m <sup>2</sup> )	60	51	55	44
Test de ensayo de Charpy, con entalladura, a 23°C (kJ/m <sup>2</sup> )	13,4	12,7	12	12,6
Test de ensayo de Charpy, con entalladura, a -30°C (kJ/m <sup>2</sup> )	18	17	18,3	16,8
Resistencia a la tracción, a la rotura (MPa)	131	123,8	122	125
Alargamiento a la rotura (%)	1,7	1,4	2,1	1,3
HDT 1,82 MPa (°C)	153	143	152	154
Nota: Comp. = Comparación				
* no en concordancia con la invención				

Test de ensayo de fluidez en espiral

20 Para la realización de este test de ensayo, se utiliza un molde de flujo de cavidad individual, con una espiral sinfín, con una profundidad de 2,5 mm, y en los que se inyectan las composiciones del Ejemplo comparativo 1 y el Ejemplo comparativo 2, a una temperatura de fusión constante, correspondiente a un valor de 230°C, a diferentes presiones de inyección (2, 4, 6, 8, 10 MPa).

25 La máquina de moldeo por inyección, es la correspondiente a la marca y modelo Sandreto Model 190, con una fuerza de cierre de 190 toneladas; la temperatura de moldeo, es de 40°C.

Bajo estas condiciones, se procede a medir, para cada presión de inyección, la longitud de la trayectoria de flujo, en milímetros, la cual es proporcional a la capacidad de flujo del material.

30 Los resultados obtenidos, se proporcionan en la Tabla II.

Tabla II

Presión	2 MPa	4 MPa	6 MPa	8 MPa	10 MPa
Ejemplo 2: longitud de la trayectoria de flujo	770	1270	1690	2000	>2000
Ejemplo Comparativo 2: longitud de la trayectoria de flujo	80	260	425	600	720

Tal y como se muestra en la tabla anterior, la composición del Ejemplo 2, presenta una longitud de flujo de la espiral, mucho más alta, para cada presión de moldeo por inyección, con respecto a la composición del Ejemplo comparativo 1.

- 5 Esto significa el hecho de que, las composiciones de la invención, pueden llenar de una forma más fácil, las cavidades del molde, incluso aquéllas con complejos diseños, permitiendo la reducción de la presión del moldeo por inyección, con menos problemas de deformación, y para reducir los tiempos de ciclo con una ventaja económica, en términos de productividad.

10 **Ejemplos 3 y 4, y Ejemplo comparativo 3**

15 Se procede a preparar la composiciones cargadas, mediante el la extrusión del los mismos materiales polímeros PP-1, PP-2 y PP-3, utilizados en los ejemplos previos (componente A)), con talco del tipo HM05 (proveedor: IMI Fabi S.p.A.), en forma de una materia en polvo, fino y blanco, a la inspección visual, con una densidad apisonada = 0,31 g/ml, y con un porcentaje de más de un 95%, en peso, de partículas que tienen un tamaño de menos de 5 µm (componente B)).

20 La extrusión, se lleva a cabo en una extrusionadora de husillo helicoidal individual, co-amasadora de la marca y modelo "Bus model MDK70", con un husillo de 70 mm de diámetro, y 17L/D de longitud del proceso.

El componente A), se introduce a través del primer puerto, mientras que, el componente B), se introduce, de una forma preferible, a través de dos puertos de carga vertical, en la fase de fusión.

25 Los parámetros de operación, son los siguientes:

Velocidad del husillo helicoidal: 270 revoluciones por minuto;  
 Capacidad: 50 – 60 kg/h;  
 Temperatura del tambor: 200 – 220°C

30 Para formar los gránulos (granza), se utiliza una placa de matriz de trenza, con un baño de refrigeración y una cuchilla de trenza; se aplica, también, desgasificado mediante vacío, para extraer los gases o vapores y los productos de descomposición.

35 Las propiedades finales de la composición de esta forma obtenida, se encuentran recopiladas en la Tabla III, conjuntamente con las cantidades relativas de los componentes.

El test de ensayo de flujo en espiral, se lleva a cabo de la forma que se ha descrito anteriormente, arriba.

40 Tabla III

Nº de ejemplo	3*	4	Comp. 3
<b>COMPONENTES (% en peso)</b>			
PP-1	60		
PP-2		40	
PP-3			40
Talco HM05	40	60	60
<b>PROPIEDADES</b>			
MFR (dg/minuto)	132	62	0,5
Densidad (kg/dm <sup>3</sup> )	1,241	1,527	1,531
Módulo de elasticidad (flexión) (MPa)	5050	7200	6800
Módulo de elasticidad (tracción) (MPa)	4780	6450	6100
Test de ensayo de Charpy, sin entalladura, a 23°C (kJ/m <sup>2</sup> )	6,8	6,4	7,2

## ES 2 381 625 T3

Tabla III (continuación)

Nº de ejemplo	3	4	Comp. 3
Test de ensayo de Charpy, con entalladura, a 23°C (kJ/m <sup>2</sup> )	1,6	1,4	1,5
Resistencia a la tracción, a la rotura (MPa)	29	30	30
Alargamiento a la rotura (%)	1,3	1,1	1,1
Longitud de flujo de la espiral, a 2 MPa (mm)		670	230
Longitud de flujo de la espiral, a 4 MPa (mm)		1140	455
Longitud de flujo de la espiral, a 6 MPa (mm)		1470	635
Longitud de flujo de la espiral, a 8 MPa (mm)		1800	825
Longitud de flujo de la espiral, a 10 MPa (mm)		>2000	1010
* no en concordancia con la invención			

**REIVINDICACIONES**

- 5 1.- Composiciones de polipropileno que tienen un valor del índice de fluidez (MFR), medido en concordancia con la norma ISO 1133, con una carga de 2,15 kg, a una temperatura de 230°C, correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde 15 g / 10 minutos, hasta 200 g / 10 minutos, y las cuales comprenden:
- 10 A) un polímero de propileno ó composición de polímero de propileno, seleccionados de entre los homopolímeros o copolímeros de propileno, que contienen un porcentaje de hasta un 5% molar, de una forma preferible, de hasta un 3% molar, de comonómero(s), teniendo, los citados homopolímeros y copolímeros, unos valores de índice de fluidez (MFR), obtenidos sin tratamientos de degradación, que van desde 1200 hasta 2500 g / 10 minutos, o combinaciones de dichos homopolímeros o copolímeros;
- B) una carga o pigmento, o sus combinaciones; y, opcionalmente,
- C) de un 0,5% a un 5%, en peso, con respecto al peso total de A), B) ó C), de un compatibilizante.
- 15 2.- La composición de la reivindicación 1, en donde, los homopolímeros y copolímeros de propileno del componente A), se obtienen directamente en polimerización, en presencia de un sistema catalizador a base de metaloceno.
- 20 3.- La composición de la reivindicación 1, en donde, los homopolímeros y copolímeros de propileno del componente A), tienen una distribución del peso molecular, en términos del factor de relación de Mw/Mn, de un valor inferior a 4.
- 4.- La composición de la reivindicación 1, que comprende de un 10% a un 80%, en peso, de A), y de un 20% a un 90%, en peso, de B), con respecto al peso total de A) y B).
- 25 5.- La composición de la reivindicación 1, que comprende de un 10% a un 75%, en peso, de A), de un 20% a un 80%, en peso, de B), y de un 0,5% a un 5%, en peso, de C), con respecto al peso total de A), B) y C).
- 6.- La composición de la reivindicación 1, en donde, B), se selecciona de entre cargas y fibras inorgánicas, o sus combinaciones.
- 30 7.- La composición de la reivindicación 5, en donde, B), se encuentra esencialmente compuesto de fibras de vidrio.
- 8.- Uso de las composiciones de la reivindicación 1, para producir artículos mediante moldeo por inyección, extrusión o termoconformado.
- 35 9.- Uso de las composiciones de la reivindicación 1, como concentrados.