

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 484 377**

51 Int. Cl.:

**C08K 3/34** (2006.01)

**C08K 13/08** (2006.01)

**C08L 23/10** (2006.01)

**C08L 23/14** (2006.01)

**C08L 23/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.02.2012 E 12000652 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.07.2014 EP 2623550**

54 Título: **Composición de polipropileno que contiene talco con propiedades termomecánicas excelentes**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**11.08.2014**

73 Titular/es:

**BOREALIS AG (100.0%)  
IZD Tower Wagramerstrasse 17-19  
1220 Vienna, AT**

72 Inventor/es:

**RAO KONA, BALAKANTHA;  
SCHIESSER, STEFAN;  
HAUER, ANDREAS y  
PRAMER, HANSJÖRG**

74 Agente/Representante:

**DURÁN MOYA, Luis Alfonso**

**ES 2 484 377 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

Composición de polipropileno que contiene talco con propiedades termomecánicas excelentes

- 5 La presente invención se refiere a una composición de polipropileno que comprende una mezcla polimérica combinada con talco y que tiene excelentes propiedades termomecánicas, un comportamiento de pandeo reducido y un buen rendimiento en ensayo de caída, en particular a baja temperatura. Además, la presente invención se refiere a un procedimiento de producción de la composición de polipropileno, a la utilización de dicha composición y a artículos preparados con la misma.
- 10 Las bases y bastidores de muchos electrodomésticos modernos se fabrican cada vez más con plástico. Sin embargo, los plásticos que se utilizan en dichas piezas se ven sometidos a condiciones exigentes, sobre todo cuando se ven expuestos con frecuencia a temperaturas elevadas, por ejemplo debidas al funcionamiento del propio aparato. Esto es particularmente cierto para electrodomésticos tales como lavadoras, secadoras, lavavajillas, etc., ya que, por ejemplo, en los lavavajillas, la temperatura puede superar los 50°C y, en las lavadoras, la temperatura del agua puede elevarse hasta 95°C. Estas temperaturas elevadas debilitan el plástico y provocan su deformación. En consecuencia, cuando el aparato está completamente cargado, las bases fabricadas con grados convencionales de polipropileno tienden a sufrir un pandeo de más de 5 mm. Por consiguiente, se requieren composiciones plásticas que no se deformen a lo largo de los años de uso. Por consiguiente, unas propiedades termomecánicas excelentes y un comportamiento de pandeo reducido, es decir, valores bajos de pandeo del plástico, son indispensables para obtener una base de buena calidad.
- 15 Para satisfacer estas exigencias, habitualmente se utilizan plásticos rígidos. Es bien conocida en la técnica la producción de plásticos con una rigidez elevada, por ejemplo, mediante la combinación de homopolipropileno con una gran cantidad de talco, es decir, de más del 40% en peso. Sin embargo, el polímero resultante no es dúctil. Es muy frágil y poco elástico, y se agrieta fácilmente como consecuencia de la tensión mecánica. En consecuencia, las bases fabricadas con plásticos convencionales se agrietan fácilmente cuando el electrodoméstico sufre golpes o caídas. Además, estas propiedades no deseadas incluso empeoran a temperaturas más bajas.
- 20 Sin embargo, un buen comportamiento en caída tiene cada vez más importancia, dado que los procedimientos de transporte y la longitud de las vías de comunicación por artículo han aumentado enormemente en los últimos años debido a las compras por internet, así como a las entregas y devoluciones asociadas a las mismas. Por consiguiente, resulta muy deseable una resistencia sin ningún perjuicio cuando el electrodoméstico embalado se deja caer desde una altura de 1 metro. Por su parte, los daños que se producen en los aparatos por culpa de las caídas durante el transporte constituyen un factor de encarecimiento para las empresas, los intermediarios y los servicios de entrega que no puede ignorarse por más tiempo. Las caídas de los aparatos se producen casi exclusivamente en los almacenes y en el exterior, durante la carga y descarga de los vehículos de transporte. Por consiguiente, el comportamiento en caída tiene que ser particularmente bueno a bajas temperaturas de entre aproximadamente 0°C y 10°C.
- 25 En consecuencia, además de las propiedades que se exigen habitualmente, como unas buenas propiedades termomecánicas, rigidez y un comportamiento de pandeo reducido a temperatura elevada, también se requiere un buen comportamiento del material en los ensayos de punción por impacto y de caída.
- 30 Se conoce la utilización de polipropileno heterofásico en combinación con una cantidad menor de talco, preferentemente talco muy fino, con el fin de obtener una ductilidad elevada. Una primera limitación se produce a partir del grado de finura del talco, ya que el talco fino produce aglomerados y, por consiguiente, la distribución del talco en el plástico empeora con el aumento de la finura, dando lugar, en último término, a unas malas propiedades de impacto. Sin embargo, el aumento de las propiedades de impacto comporta, a su vez, la reducción del módulo de elasticidad. Además, el plástico tiene una rigidez reducida a temperatura elevada, lo que empeora concomitantemente los valores de pandeo hacia los valores más elevados. Persiste la necesidad de dar con una composición que reúna estos requisitos contradictorios, ya que un comportamiento de pandeo reducido, es decir, valores bajos de pandeo a temperatura elevada, y una buena ductilidad a temperatura baja, se han considerado como casi mutuamente excluyentes. El documento US2001/0006990-A1 se refiere a una resina compuesta a base de poliolefina, que comprende entre el 40% y el 80% en peso de un comonomero de etileno-propileno cristalino, entre el 5% y el 40% en peso de un copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina, entre el 5% y el 30% en peso de wollastonita a base de metasilicato de calcio y entre el 5% y el 40% en peso de un agente de refuerzo inorgánico.
- 35 El documento US2002/0123572-A1 da a conocer una resina compuesta a base de poliolefina que comprende entre el 30% y el 80% en peso de un comonomero de etileno-propileno cristalino, entre el 5% y el 40% en peso de un copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina y entre el 5% y el 40% en peso de una sustancia de relleno inorgánica.
- 40 El documento JP01271451-A da a conocer la preparación de una composición por mezclado de un copolímero de bloques de propileno/etileno de alta rigidez en el que la estereorregularidad de la parte de homopolímero de propileno es alta, con dos copolímeros de etileno-propileno amorfos y partículas de carbonato de calcio y partículas de talco con un tamaño medio de partícula de 3 mm o menor.
- 45
- 50
- 55
- 60
- 65

Sin embargo, persiste la necesidad de disponer de materiales con un mejor comportamiento en caída y una buena ductilidad a temperatura baja, y que proporcione a la vez un comportamiento de pandeo reducido a temperaturas más elevadas.

5 La presente invención se basa en el descubrimiento de que el objetivo anterior se puede alcanzar mediante la combinación de una mezcla polimérica de base con talco de finura media.

10 Así, la presente invención da a conocer una composición de polipropileno que comprende

- del 55% al 79% en peso de mezcla polimérica de base;

- del 18% al 44,5% en peso de talco; y

15 - del 0,5% al 3% en peso de aditivos

con respecto al peso total de la composición de polipropileno,

20 en la que la mezcla polimérica de base contiene una fracción XCU y una fracción XCS, estando presente la fracción XCU en una cantidad comprendida entre el 91% y el 98% en peso y la fracción XCS en una cantidad comprendida entre el 2% y el 9% en peso;

25 en la que la mezcla polimérica de base contiene una cantidad de comonomero menor del 5% en peso con respecto a la mezcla polimérica de base;

30 en la que el talco tiene un tamaño de partícula mediano d50 comprendido entre 1,0  $\mu\text{m}$  y 3,0  $\mu\text{m}$ , medido según la norma ISO 13317-3 15 mediante un equipo Sedigraph;

y en la que la composición tiene un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 1 g/10 min y 10 g/10 min.

El término "polipropileno" se refiere a un homopolímero o copolímero de propileno, o a una mezcla de dichos homopolímeros o copolímeros de propileno.

35 La composición de polipropileno, según la presente invención, tiene un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 1 g/10 min y 10 g/10 min, preferentemente entre 1,9 g/10 min y 8 g/10 min, más preferentemente entre 2,0 g/10 min y 6 g/10 min, aún más preferentemente entre 2,2 g/10 min y 5 g/10 min, y de la forma más preferente entre 2,3 g/10 min y 4 g/10 min.

40 Según la presente invención, la composición de polipropileno comprende entre el 18% y el 44,5% en peso de talco. Preferentemente, la composición de polipropileno comprende entre el 23% y el 40% en peso, más preferentemente entre el 25% y el 36% en peso, aún más preferentemente entre el 27% y el 33% en peso y de la forma más preferente entre el 29% y el 31% en peso de talco, con respecto al peso total de la composición de polipropileno.

45 Según la presente invención, el talco tiene un tamaño de partícula mediano d50 comprendido entre 1  $\mu\text{m}$  y 3  $\mu\text{m}$ , medido en material no compactado según la norma ISO 13317-3 15 mediante un equipo Sedigraph. En una realización preferente, el tamaño de partícula mediano d50 está comprendido entre 1,2  $\mu\text{m}$  y 2,5  $\mu\text{m}$ , más preferentemente entre 1,5  $\mu\text{m}$  y 2,3  $\mu\text{m}$ , y de la forma más preferente entre 1,7  $\mu\text{m}$  y 2,1  $\mu\text{m}$ .

50 Preferentemente, además, el tamaño de partícula de corte d95 del talco está comprendido entre 3  $\mu\text{m}$  y 9  $\mu\text{m}$ , más preferentemente entre 4  $\mu\text{m}$  y 8  $\mu\text{m}$ , aún más preferentemente entre 5  $\mu\text{m}$  y 7  $\mu\text{m}$ , y de la forma más preferente es menor de 6,5  $\mu\text{m}$ , medido en material no compactado según la norma ISO 13317-3 mediante un equipo Sedigraph.

55 En otro aspecto, el talco tiene una superficie específica comprendida entre 7,5 m<sup>2</sup>/g y 9 m<sup>2</sup>/g, preferentemente entre 7,7 m<sup>2</sup>/g y 8,5 m<sup>2</sup>/g, y de la forma más preferente entre 7,9 m<sup>2</sup>/g y 8,1 m<sup>2</sup>/g, determinada como superficie BET según la norma DIN 66131/2.

60 En otro aspecto, la superficie específica según Blaine del talco está comprendida preferentemente entre 28.000 y 40.000, más preferentemente entre 30.000 y 38.000, aún más preferentemente entre 32.000 y 36.000, y de la forma más preferente entre 33.000 y 35.000, medido utilizando Blaine 10.

65 En principio, se puede utilizar cualquier talco con las propiedades descritas anteriormente. Preferentemente, el talco que se utiliza tiene la finura media descrita anteriormente. Un talco más fino produce aglomerados y, por consiguiente, una mala distribución del talco cuando se mezcla la composición de polipropileno. El talco más grueso no puede proporcionar el excelente rendimiento mecánico de la composición de polipropileno en el ensayo de perforación con instrumentos, sobre todo a temperatura baja. El talco se puede incorporar durante el proceso de polimerización de los polímeros utilizados para la mezcla polimérica de base, o después del mismo. Generalmente,

el talco se añade a la composición de polipropileno tras el proceso de polimerización. Un ejemplo de talco preferente es el del tipo STEAMIC T1, distribuido por Luzenac.

5 Además, la composición de polipropileno, según la presente invención, comprende aditivos en una cantidad total comprendida entre el 0,5% y el 3% en peso con respecto al peso total de la composición de polipropileno. Preferentemente, los aditivos están presentes en una cantidad total comprendida entre el 0,7% y el 2,8% en peso, y más preferentemente entre el 1,0% y el 2,5% en peso, con respecto al peso total de la composición de polipropileno. Estos aditivos pueden incorporarse durante el proceso de polimerización de los polímeros que se utilizan para obtener la mezcla polimérica de base y/o se pueden añadir a la composición de polipropileno antes, durante o después del mezclado. Entre los aditivos adecuados, según la presente invención, se incluyen termoplásticos miscibles, antioxidantes, estabilizadores, estabilizadores de UV, agentes antiestáticos, lubricantes, agentes de desmoldeo, agentes de nucleación, sustancias de relleno, colorantes y espumantes.

15 Además, la composición de polipropileno, según la presente invención, comprende una mezcla polimérica de base en una cantidad comprendida entre el 55% y el 79% en peso, preferentemente entre el 60% y el 72% en peso, y de la forma más preferente entre el 66% y el 69% en peso, con respecto al peso total de la composición de polipropileno.

20 La fracción XCU se refiere a la fracción de la mezcla polimérica de base que no es soluble en p-xileno a 25°C en el ensayo, tal como se describe en la parte experimental.

25 Según la presente invención, la fracción XCU de la mezcla polimérica de base está presente en una cantidad comprendida entre el 85% y el 95% en peso, preferentemente entre el 87% y el 92% en peso, más preferentemente entre el 88% y el 91% en peso, y de la forma más preferente entre el 89% y el 90% en peso en la composición de polipropileno.

La fracción XCS se refiere a la fracción de la mezcla polimérica de base que es soluble en p-xileno a 25°C en el ensayo, tal como se describe en la parte experimental.

30 Según la presente invención, la fracción XCS de la mezcla polimérica de base está presente en una cantidad comprendida entre el 5% y el 15% en peso, preferentemente entre el 8% y el 13% en peso, más preferentemente entre el 9% y el 12% en peso, y de la forma más preferente entre el 10% y el 11% en peso en la composición de polipropileno.

35 El contenido de comonomero, más preferentemente el contenido total de C<sub>2</sub>, de la mezcla polimérica de base es menor del 5% en peso con respecto al peso total de la mezcla polimérica de base. Preferentemente, el contenido de comonomero es menor del 3,5% en peso, y aún más preferentemente es menor del 2,5% en peso si se determina mediante el análisis de IR que se describe en la parte experimental.

40 En un aspecto preferente, la fuerza máxima en el ensayo de perforación con instrumentos a 0°C de la composición de polipropileno, según la presente invención, es preferentemente mayor de 800 N, cuando se mide según la norma ISO 6603-2, tal como se describe en los ejemplos. Más preferentemente, dicha fuerza es de 850 N o mayor, aún más preferentemente de 950 N o mayor, y de la forma más preferente de 1.000 N o mayor. Habitualmente, la fuerza máxima en el ensayo de perforación con instrumentos a 0°C no es mayor de 1.500 N. Además, la energía de punción en el ensayo de perforación con instrumentos a 0°C es preferentemente mayor de 1,5 J, más preferentemente mayor de 1,9 J y de la forma más preferente mayor de 2,1 J.

45 Además, la fuerza máxima en el ensayo de perforación con instrumentos a 23°C de la composición de polipropileno es preferentemente mayor de 1.800 N, y más preferentemente mayor de 1.850 N, cuando se mide según la norma ISO 6603-2, tal como se describe en los ejemplos. Además, la energía de punción en el ensayo de perforación con instrumentos a 23°C es preferentemente mayor de 6,3 J, más preferentemente de entre 6,8 J y 8 J, y de la forma más preferente mayor de 7 J.

50 Preferentemente, la composición de polipropileno tiene una resistencia al impacto Charpy sin muesca a 23°C, como mínimo, de 50 kJ/m<sup>2</sup>, más preferentemente, como mínimo, de 55 kJ/m<sup>2</sup>, y de la forma más preferente, como mínimo, de 57,1 kJ/m<sup>2</sup>, determinada según la norma ISO 179-1/1eU. Habitualmente, la resistencia al impacto Charpy sin muesca a 23°C no es mayor de 70 kJ/m<sup>2</sup>.

55 Preferentemente, la composición de polipropileno tiene una resistencia al impacto Charpy sin muesca a 0°C, como mínimo, de 25 kJ/m<sup>2</sup>, más preferentemente, como mínimo, de 27 kJ/m<sup>2</sup>, y de la forma más preferente, como mínimo, de 29 kJ/m<sup>2</sup>, determinada según la norma ISO 179-1/1eU. Habitualmente, la resistencia al impacto Charpy sin muesca a 0°C no es mayor de 50 kJ/m<sup>2</sup>.

60 Adicionalmente, la relación módulo de tracción/talco de la composición de polipropileno, según la presente invención, es preferentemente mayor de 110 MPa/% en peso, cuando se mide el módulo de tracción según la norma ISO 527-2 y el peso del talco se expresa con respecto al peso total de la composición de polipropileno. Más

preferentemente, la relación módulo de tracción/talco está comprendida entre 116 MPa/% en peso y 145 MPa/% en peso, aún más preferentemente entre 117 MPa/% en peso y 135 MPa/% en peso, y de la forma más preferente entre 119 MPa/% en peso y 130 MPa/% en peso.

5 Adicionalmente, la relación módulo de flexión/talco de la composición de polipropileno, según la presente invención, es preferentemente mayor de 113 MPa/% en peso, cuando se mide el módulo de tracción según la norma ISO 178 y el peso del talco se expresa con respecto al peso total de la composición de polipropileno. Más preferentemente, la relación módulo de tracción/talco está comprendida entre 117 MPa/% en peso y 146 MPa/% en peso, aún más preferentemente entre 118 MPa/% en peso y 138 MPa/% en peso, y de la forma más preferente entre 120 MPa/% en peso y 132 MPa/% en peso.

15 Además, la relación módulo de flexión/talco de la composición de polipropileno, según la presente invención, es preferentemente mayor de 60 MPa/% en peso, cuando se mide el módulo de flexión según la norma ISO 178 a una temperatura elevada de 50°C, tal como se describe en la parte experimental, y el peso del talco se expresa con respecto al peso total de la composición de polipropileno. Más preferentemente, la relación módulo de flexión/talco medida de este modo está comprendida entre 61 MPa/% en peso y 85 MPa/% en peso, aún más preferentemente entre 62 MPa/% en peso y 80 MPa/% en peso, y de la forma más preferente entre 63 MPa/% en peso y 75 MPa/% en peso, y el peso del talco se expresa con respecto al peso total de la composición de polipropileno.

20 Además, la relación módulo de flexión/talco de la composición de polipropileno, según la presente invención, es preferentemente mayor de 35 MPa/% en peso, cuando se mide el módulo de flexión según la norma ISO 178 a una temperatura elevada de 80°C, tal como se describe en la parte experimental, y el peso del talco se expresa con respecto al peso total de la composición de polipropileno. Más preferentemente, la relación módulo de flexión/talco medida de este modo está comprendida entre 36 MPa/% en peso y 48 MPa/% en peso, aún más preferentemente entre 37 MPa/% en peso y 46 MPa/% en peso, y de la forma más preferente entre 38 MPa/% en peso y 44 MPa/% en peso, y el peso del talco se expresa con respecto al peso total de la composición de polipropileno.

Preferentemente, la mezcla polimérica de base de la composición de polipropileno, según la presente invención, se puede obtener mezclando

30 - del 50% al 65% en peso de homopolímero (A), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 0,3 g/10 min y 2 g/10 min;

35 - del 20% al 32% en peso de polipropileno heterofásico (B), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 5 g/10 min y 15 g/10 min y un módulo de flexión mayor de 850 MPa, medido según la norma ISO 178; y

40 - del 10% al 20% en peso de homopolímero (C), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) mayor o igual a 10 g/10 min,

con respecto al peso total de la mezcla polimérica de base.

45 La mezcla polimérica de base, según la presente invención, comprende preferentemente un homopolímero (A), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 0,3 g/10 min y 2 g/10 min; un polipropileno heterofásico (B), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 5 g/10 min y 15 g/10 min; y un homopolímero (C), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) mayor o igual a 10 g/10 min. Más preferentemente, la mezcla polimérica de base, según la presente invención, comprende un homopolímero (A), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 0,3 g/10 min y 2 g/10 min; un polipropileno heterofásico (B), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 5 g/10 min y 15 g/10 min; y un homopolímero (C), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) mayor o igual a 10 g/10 min y (a) otro u otros compuestos poliméricos adicionales en una cantidad menor del 8% en peso con respecto al peso total de (A)+(B)+(C)+(otro u otros compuestos poliméricos). Aún más preferentemente, la mezcla polimérica de base, según la presente invención, comprende un homopolímero (A), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 0,3 g/10 min y 2 g/10 min; un polipropileno heterofásico (B), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 5 g/10 min y 15 g/10 min; y un homopolímero (C), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) mayor o igual a 10 g/10 min. De la forma más preferente, la mezcla polimérica de base, según la presente invención, comprende del 50% al 65% en peso de homopolímero (A), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 0,3 g/10 min y 2 g/10 min; del 20% al 32% en peso de polipropileno heterofásico (B), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 5 g/10 min y 15 g/10 min; y del 10% al 20% en peso de un homopolímero (C), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) mayor o igual a 10 g/10 min, con respecto al peso total de (A)+(B)+(C).

A continuación se describen otras formas preferentes de obtener la composición de polipropileno, según la presente invención.

65 Preferentemente, el mezclado se lleva a cabo por un proceso de mezclado en fusión. Son dispositivos típicos para llevar a cabo dicho proceso de mezclado en fusión las extrusoras de doble husillo, las extrusoras de husillo simple,

- opcionalmente en combinación con mezcladores estáticos, amasadoras de cámara, tal como amasadoras Farell, y coamasadoras alternativas, por ejemplo coamasadoras Buss. Preferentemente, el proceso de mezclado en fusión se lleva a cabo en una extrusora de doble husillo con segmentos de mezclado de alta intensidad. Aún más preferentemente, el mezclado en fusión se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 20°C y 50°C por encima del punto de fusión del componente polimérico presente con el punto de fusión más alto de la composición, pero por debajo de la temperatura límite de estabilidad del componente polimérico presente con la menor estabilidad térmica de la composición.
- Además, el homopolímero (A), el polipropileno heterofásico (B) y/o el homopolímero (C) comprenden aditivos en una cantidad comprendida entre el 0,1% y el 5,0% en peso, más preferentemente entre el 0,2% y el 3,5% en peso, y de la forma más preferente entre el 0,23% y el 3,0% en peso, con respecto al peso total de homopolímero (A), polipropileno heterofásico (B) y/u homopolímero (C), respectivamente. Estos aditivos se pueden incorporar durante el proceso de polimerización, o después del mismo, o en la etapa de composición. Entre los aditivos adecuados se incluyen termoplásticos miscibles, antioxidantes, estabilizadores, estabilizadores de UV, agentes antiestáticos, lubricantes, agentes de desmoldeo, agentes de nucleación, sustancias de relleno, colorantes y espumantes.
- Preferentemente, la mezcla polimérica de base se puede obtener mezclando entre el 53% y el 61% en peso, más preferentemente entre el 55% y el 60% en peso, y de la forma más preferente entre el 57% y el 59,5% en peso de homopolímero (A), con respecto al peso total de la mezcla polimérica de base.
- Preferentemente, el homopolímero (A) tiene un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 0,3 g/10 min y 2 g/10 min, más preferentemente entre 0,5 g/10 min y 1,2 g/10 min, aún más preferentemente entre 0,6 g/10 min y 0,9 g/10 min, y de la forma más preferente entre 0,7 g/10 min y 0,8 g/10 min.
- Preferentemente, la fracción XCU del homopolímero (A) está presente en una cantidad comprendida entre el 94% y el 99% en peso, preferentemente entre el 95% y el 98% en peso, y de la forma más preferente entre el 96,5% y el 97,5% en peso, con respecto al peso de homopolímero (A). Correspondientemente, la fracción XCS de homopolímero (A) está presente preferentemente en una cantidad comprendida entre el 1% y el 6% en peso, más preferentemente entre el 2% y el 5% en peso, y de la forma más preferente entre el 2,5% y el 3,5% en peso, con respecto al peso de homopolímero (A).
- Además, el homopolímero (A) comprende preferentemente aditivos en una cantidad comprendida entre el 0,1% y el 0,5% en peso, con respecto al peso total de homopolímero (A). Más preferentemente, los aditivos están presentes en una cantidad comprendida entre el 0,2% y el 3,5% en peso, y de la forma más preferente entre el 0,25% y el 3,3% en peso. Estos aditivos se pueden incorporar durante el proceso de polimerización o después del mismo. Entre los aditivos adecuados se incluyen termoplásticos miscibles, antioxidantes, estabilizadores, lubricantes, agentes de desmoldeo, agentes de nucleación, sustancias de relleno, talco, colorantes y espumantes.
- El polipropileno heterofásico (B) es un polipropileno modificado con elastómero de una estructura multifásica. El polipropileno heterofásico (B) tiene una matriz de homopolímero o copolímero de polipropileno y una fase de goma constituida habitualmente por una goma C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>. Habitualmente, la goma es goma de etileno-propileno. Correspondientemente, el polipropileno heterofásico (B) comprende preferentemente etileno como comonomero. Alternativamente, el polipropileno heterofásico (B) puede comprender además  $\alpha$ -olefinas superiores como copolímeros. Preferentemente, la matriz es un homopolímero de polipropileno.
- Además, la mezcla polimérica de base se puede obtener mezclando preferentemente entre el 22% y el 30% en peso, más preferentemente entre el 24% y el 28% en peso, y de la forma más preferente entre el 25,5% y el 27,5% en peso de polipropileno heterofásico (B), con respecto al peso total de la mezcla polimérica de base.
- Además, el polipropileno heterofásico (B) tiene un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) preferentemente comprendido entre 5 g/10 min y 20 g/10 min, más preferentemente entre 7 g/10 min y 14 g/10 min, y de la forma más preferente entre 10 g/10 min y 13 g/10 min.
- Preferentemente, la fracción XCU del polipropileno heterofásico (B) está presente en una cantidad comprendida entre el 75% y el 61% en peso, preferentemente entre el 65% y el 72% en peso, y de la forma más preferente entre el 68% y el 69% en peso, con respecto al peso de polipropileno heterofásico (B). Correspondientemente, la fracción XCS de polipropileno heterofásico (B) está presente en una cantidad comprendida entre el 25% y el 39% en peso, preferentemente entre el 28% y el 35% en peso, aún más preferentemente entre el 30% y el 33% en peso, y de la forma más preferente entre el 31% y el 32% en peso, con respecto al peso de polipropileno heterofásico (B).
- Además, la viscosidad intrínseca VI de la fracción XCS de polipropileno heterofásico (B) está comprendida preferentemente entre 2,1 dl/g y 2,9 dl/g, más preferentemente entre 2,3 dl/g y 2,7 dl/g, y de la forma más preferente entre 2,4 dl/g y 2,6 dl/g cuando se mide en decalina a 135°C según las normas DIN EN ISO 1628-1 y 1628-3.
- La cantidad total de comonomero, más preferentemente la cantidad total de C<sub>2</sub> del polipropileno heterofásico (B), está comprendida preferentemente entre el 9% y el 17% en peso, más preferentemente entre el 11,5% y el 14,5%

en peso, y de la forma más preferente entre el 12,5% y el 13,5% en peso, con respecto al peso de polipropileno heterofásico y cuando se mide mediante espectroscopia de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR), tal como se describe en la parte experimental.

- 5 Además, el módulo de flexión del polipropileno heterofásico (B) es mayor de 850 MPa, preferentemente mayor de 900 MPa, más preferentemente mayor de 950 MPa y de la forma más preferente mayor o igual a 1.000 MPa, cuando se mide según la norma ISO 178.

10 En una realización preferente, el polipropileno heterofásico (B) se produce en un procedimiento de varias etapas. Los procedimientos de varias etapas comprenden la producción a través de reactores acoplados en serie y/o la producción a través de reactores de varias zonas de reacción. Una combinación típica para los reactores acoplados en serie es la utilización de una serie de reactores a granel/de fase gaseosa, en la que el reactor a granel es preferentemente un reactor de bucle.

15 Preferentemente, el procedimiento de varias etapas es un procedimiento de cuatro etapas, en el que el polipropileno heterofásico (B) se produce en 4 reactores secuenciales acoplados en serie. Más preferentemente, los 4 reactores secuenciales son una combinación de un reactor de bucle y tres reactores de fase gaseosa acoplados en serie. El componente que forma la matriz se produce en la primera y la segunda etapas, es decir, en el reactor de bucle; a continuación se transfiere a la segunda etapa, es decir, al primer reactor de fase gaseosa, y la producción continúa en la segunda etapa. Posteriormente, el producto intermedio se transfiere a la tercera etapa, es decir, al segundo reactor de fase gaseosa, y se prosigue la producción. Finalmente, se transfiere a la cuarta etapa, es decir, al tercer reactor de fase gaseosa, y se prosigue la producción.

25 Así, la producción del polipropileno heterofásico (B) comprende preferentemente

- la preparación de un primer polímero, en un reactor de bucle, con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 50 g/10 min y 60 g/10 min;
- la transferencia del producto a un primer reactor de fase gaseosa para la preparación de un segundo polímero, con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 50 g/10 min y 60 g/10 min;
- la transferencia del producto a un segundo reactor de fase gaseosa para la preparación de un tercer polímero, con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 10 g/10 min y 25 g/10 min; y
- la transferencia del producto a un tercer reactor de fase gaseosa para la preparación del polipropileno heterofásico (B), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 5 g/10 min y 20 g/10 min, y un módulo de flexión mayor de 850 MPa, medido según la norma ISO 178.

40 Todos los intervalos preferentes indicados anteriormente valen también para una composición que comprende polipropileno heterofásico (B). que puede obtenerse por el procedimiento descrito anteriormente y que se describe con más detalle a continuación.

45 Preferentemente, la fracción XCS del primer polímero está comprendida entre 0 dl/g y 3 dl/g, cuando se mide en decalina a 135°C, según las normas DIN EN ISO 1628-1 y 1628-3.

Además, preferentemente, el polímero obtenido en el segundo reactor de fase gaseosa tiene un contenido de comonomero mayor del 7% en peso, y más preferentemente de entre el 8% y el 10% en peso.

50 Preferentemente, la fracción XCS del polímero obtenido en el segundo reactor de fase gaseosa es mayor de 18 dl/g, y más preferentemente está comprendida entre 19 dl/g y 23 dl/g cuando se mide en decalina a 135°C, según las normas DIN EN ISO 1628-1 y 1628-3.

55 Preferentemente, el homopolímero (C) es un polipropileno de cristalinidad controlada (CCPP). Un polipropileno de cristalinidad controlada es un homopolímero de polipropileno con un punto de fusión de 164°C o mayor.

60 Preferentemente, el homopolímero (C) es un homopolímero nucleado que contiene un agente de nucleación polimérico. Preferentemente, el agente de nucleación polimérico es el vinilciclohexano. Además, el homopolímero (C) tiene un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) mayor o igual a 10 g/10 min, preferentemente comprendido entre 15 g/10 min y 50 g/10 min, más preferentemente entre 15 g/10 min y 30 g/10 min, y de la forma más preferente entre 18 g/10 min y 25 g/10 min.

65 Preferentemente, la fracción XCU del homopolímero (C) está presente en una cantidad del 98% en peso con respecto al peso de homopolímero (C). Correspondientemente, la fracción XCS de homopolímero (C) está presente en una cantidad menor del 2% en peso, con respecto al peso de homopolímero (C).

Preferentemente, el homopolímero (C) se produce en un procedimiento de varias etapas, en una secuencia de reacción de varias etapas. Un procedimiento de dos etapas que incluye dos reactores secuenciales ya resulta suficiente.

- 5 Preferentemente, el homopolímero (C) es idéntico al componente A de la solicitud de patente europea EP 1 357 144 A1, que se incorpora al presente documento como referencia.

Además, la presente invención se refiere a un artículo preparado con la composición de polipropileno, según la presente invención. Más preferentemente, la presente invención se refiere a un artículo para un aparato electrodoméstico, y de la forma más preferente a una base para un aparato electrodoméstico. Dicho artículo es particularmente adecuado para su exposición a una temperatura elevada o al calor, es decir, a una temperatura mayor de 45°C y menor de 95°C. Las bases son particularmente útiles para electrodomésticos seleccionados dentro del grupo formado por lavavajillas, lavadoras, neveras, congeladores, secadoras y similares.

15 Además, la presente invención se refiere a artículos que comprenden la composición de polipropileno, según la presente invención, o a artículos hechos con la composición de polipropileno, según la presente invención. El artículo se produce mediante cualquier procedimiento de conversión habitual adecuado para polímeros termoplásticos, tal como moldeo por inyección, moldeo por extrusión con soplado, moldeo por inyección-soplado con estirado o extrusión de película fundida. Además, la composición de polipropileno, según la presente invención, es adecuada para procesarse con las herramientas convencionales que se utilizan en la industria, ya que el comportamiento de contracción no se ve alterado con respecto a la composición de polipropileno convencional, que se utiliza actualmente en la industria y que, en el presente documento, se describe en el ejemplo comparativo.

25 Además, la presente invención se refiere a la utilización de la composición de polipropileno, según la presente invención, para obtener un artículo, según la presente invención, para la producción de un artículo, particularmente un artículo tal como se ha descrito anteriormente, que tiene un comportamiento de pandeo reducido y un buen comportamiento en el ensayo de perforación con instrumentos.

Más particularmente, la presente invención se refiere a la utilización de un polipropileno heterofásico (B), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 5 g/ 10 min y 20 g/ 10 min y un módulo de flexión mayor de 850 MPa, medido según la norma ISO 178, y un talco con un tamaño de partícula mediano d50 comprendido entre 1,0 µm y 3,0 µm, medido según la norma ISO 13317-3 15 mediante un equipo Sedigraph, para obtener una relación módulo de flexión/talco de una composición de polipropileno que contiene talco mayor de 60 MPa/% en peso, cuando se mide el módulo de flexión según la norma ISO 178 a una temperatura elevada de 50°C, tal como se describe en la parte experimental, y el peso del talco se expresa con respecto al peso total de la composición de polipropileno.

Además, la presente invención se refiere a la utilización de un polipropileno heterofásico (B), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 5 g/ 10 min y 20 g/ 10 min y un módulo de flexión mayor de 850 MPa, medido según la norma ISO 178, y un talco con un tamaño de partícula mediano d50 comprendido entre 1,0 µm y 3,0 µm, medido según la norma ISO 13317-3 15 mediante un equipo Sedigraph, para obtener una relación módulo de flexión/talco de una composición de polipropileno que contiene talco mayor de 35 MPa/% en peso, cuando se mide el módulo de flexión según la norma ISO 178 a una temperatura elevada de 80°C, tal como se describe en la parte experimental, y el peso del talco se expresa con respecto al peso total de la composición de polipropileno.

A continuación, la presente invención se describe a través de ejemplos.

## Ejemplos

### 50 Definición de los métodos de ensayo:

#### a) Índice de fluidez

El índice de fluidez (MFR) se determina según la norma ISO 1133 y se indica en g/10 min. El MFR es una indicación de la fluidez y, por consiguiente, de la capacidad de procesamiento del polímero. Cuanto mayor es el índice de fluidez, menor es la viscosidad del polímero. El MFR<sub>2</sub> del polipropileno se determina a una temperatura de 230°C y una carga de 2,16 kg.

#### b) Fracción soluble en xileno

60 La fracción soluble en xileno (XCS), tal como se define y se describe en la presente invención, se determina del siguiente modo: se disolvieron 2,0 g del polímero en 250 ml de p-xileno a 135°C con agitación. Tras 30 minutos, la solución se dejó enfriar durante 15 minutos a temperatura ambiente y luego se dejó reposar durante 30 minutos a 25 ± 0,5°C. La solución se filtró con papel de filtro en dos matraces de 100 ml. La solución del primer recipiente de 100 ml se evaporó en flujo de nitrógeno y el residuo se secó al vacío a 90°C hasta alcanzar un peso constante. A continuación, la fracción soluble en xileno (porcentaje) se puede determinar del siguiente modo:



$$XCS\% = (100 \times m_1 \times v_0) / (m_0 \times v_1),$$

5 donde  $m_0$  designa la cantidad inicial de polímero (en gramos),  $m_1$  define el peso de residuo (en gramos),  $v_0$  define el volumen inicial (en mililitros) y  $v_1$  define el volumen de la muestra analizada (en mililitros). Correspondientemente, la fracción insoluble en p-xileno a 25°C (XCU) es igual a 100% - XCS%.

c) *Viscosidad intrínseca*

10 El valor de la viscosidad intrínseca (VI) aumenta con el peso molecular de un polímero. Se mide en decalina a 135°C, según las normas DIN EN ISO 1628-1 y 1628-3.

d) *Ensayos de tracción: módulo de tracción (módulo de elasticidad) y resistencia a la tracción*

15 Los ensayos de tracción se llevan a cabo según la norma ISO 527-2 a 23°C sobre una muestra moldeada por inyección (de tipo 1B, espesor de 4 mm) preparada mediante moldeo por inyección, según la norma ISO 1873-2.

20 El módulo de tracción (en MPa) se determinó según la norma ISO 527-2. La medición se llevó a cabo a una temperatura de 23°C con una velocidad del travesaño de 1 mm/min para determinar el módulo de tracción, y de 50 mm/min para determinar la resistencia a la tracción. El módulo de tracción (módulo de elasticidad) se calculó a partir de la parte lineal de los resultados de este ensayo de tracción, llevándose a cabo esta parte de la medición con una velocidad de alargamiento de 5 mm/min.

25 Para determinar la resistencia a la tracción (en MPa), el ensayo de tracción mencionado anteriormente, según la norma ISO 527-2 a 23°C, se prosiguió con una velocidad de alargamiento de 50 mm/min hasta que la muestra se rompió.

e) *Ensayos de flexión: módulo de flexión y resistencia a la flexión*

30 El módulo de flexión y la resistencia a la flexión se miden según la norma ISO 178, utilizando una muestra moldeada por inyección, tal como se describe en la norma EN ISO 1873-2 con unas dimensiones de 80 x 10 x 4 mm<sup>3</sup>. La velocidad del travesaño fue de 2 mm/min para determinar el módulo de flexión, y de 50 mm/min para determinar la resistencia a la flexión, la deformación de flexión a la resistencia a la flexión, la tensión de flexión para una deformación del 3,5%, la tensión de flexión a la rotura y la deformación de flexión a la rotura.

35 Para los ensayos a temperatura elevada, se aplicó el siguiente procedimiento: las muestras de ensayo con un tamaño de 80 x 10 x 4 mm<sup>3</sup> se moldearon según la norma EN ISO 1873-2. Las dimensiones de las muestras de ensayo se determinaron antes de ponerlas en la cámara térmica. Las muestras de ensayo se dejaron durante 96 horas en un clima estándar (23°C, humedad relativa del 50%). A continuación, las muestras de ensayo se mantuvieron en la cámara térmica a la temperatura final de 50°C u 80°C, respectivamente, como mínimo, durante 1 hora. Los ensayos se llevaron a cabo inmediatamente después, dentro de la cámara térmica dispuesta alrededor del dispositivo de ensayo de flexión. La velocidad del travesaño se mantuvo inalterada en comparación con la medición en condiciones estándar.

45 f) *Ensayo de resistencia al impacto Charpy: resistencia al impacto Charpy con muesca y sin muesca*

50 Todas las resistencias/fuerzas al impacto Charpy se determinaron en muestras con unas dimensiones de 80 x 10 x 4 mm<sup>3</sup>. A menos que se indique lo contrario, se aplicó una velocidad de impacto estándar de 2,9 m/s. Las muestras de ensayo se prepararon mediante moldeo por inyección, utilizando un equipo IM V 60 TECH, según la norma ISO 1873-2. La temperatura de la masa fundida fue de 200°C y la temperatura del molde fue de 40°C.

55 La resistencia/fuerza al impacto Charpy sin muesca se determinó según la norma ISO 179-1eU en dichas muestras, que no tenían muesca y se encontraban a una temperatura de +23°C (resistencia al impacto Charpy sin muesca (+23°C)) y de 0°C (resistencia al impacto Charpy sin muesca (0°C)).

La resistencia/fuerza al impacto Charpy con muesca (NIS) se determinó según la norma ISO 179-1eA en dichas muestras, que tenían muesca y se encontraban a una temperatura de -20°C (resistencia al impacto Charpy con muesca (20°C)).

60 g) *Temperatura de deformación térmica (HDT)*

La HDT se determinó en muestras de ensayo moldeadas por inyección de 80 x 10 x 4 mm<sup>3</sup>, preparadas según la norma ISO 1873-2 y guardadas a 23°C, como mínimo, durante 96 horas antes de la medición. El ensayo se llevó a cabo en muestras soportadas en posición plana, según la norma ISO 75, condición A, con una tensión superficial

nominal de 1,8 MPa. Además, el ensayo se llevó a cabo en muestras soportadas en posición plana, según la norma ISO 75, condición B, con una tensión superficial nominal de 0,45 MPa.

h) *Ensayo VICAT: VICAT A y VICAT B*

5 Las temperaturas de ablandamiento Vicat A (VICAT Met.A) y VICAT B (VICAT Met.B) se miden utilizando una carga de ensayo de 10 N y una carga de ensayo de 50 N, respectivamente, según la norma ISO 306, utilizando muestras de ensayo moldeadas por inyección (80 x 10 x 4 mm<sup>3</sup>), tal como se describe la norma EN ISO 1873-2.

10 i) *Contracción: SH en la dirección del flujo y SH transversal al flujo*

15 La contracción se midió en placas rectangulares moldeadas por inyección de 150 x 80 x 2 mm<sup>3</sup> rellenas de un distribuidor triangular y una abertura de película con un espesor de 0,5 mm a lo largo del lado más corto. Se aplicaron una temperatura de masa fundida de 260°C, una temperatura de molde de 60°C y una velocidad de inyección en la abertura de 100 mm/s para obtener las muestras, a las que se cortó el distribuidor inmediatamente después del desmoldeo. A continuación, las muestras se mantuvieron a 23°C durante 96 horas y se determinó la contracción relativa con respecto a las dimensiones del molde en las direcciones longitudinal (SH en la dirección del flujo) y transversal (SH transversal al flujo), llevándose a cabo la medición en el centro de la muestra en cada caso. Para determinar los valores promedio, se sometieron a ensayo 10 muestras y la diferencia se calculó a partir de los promedios.

20 j) *Ensayo de perforación con instrumentos*

25 El ensayo de perforación con instrumentos se llevó a cabo según la norma ISO 6603-2 a una velocidad de perno de 4,4 m/s, con el perno lubricado y la muestra fijada con abrazaderas. Las muestras eran placas moldeadas por inyección, tal como se describe en la norma EN ISO 1873-2, con unas dimensiones de 60 x 60 x 2 mm<sup>3</sup>. El ensayo se llevó a cabo a 23°C y 0°C.

30 k) *Contenido de etileno/contenido de comonomero*

35 La cantidad relativa de C<sub>2</sub> en el polímero se midió mediante espectroscopia de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR). Para medir el contenido de etileno en el polipropileno, se preparó una película fina de la muestra (grosor de aproximadamente 250 μm) mediante prensado en caliente. El área del pico de absorción de -CH<sub>2</sub>- (800-650 cm<sup>-1</sup>) se midió con un espectrómetro Perkin Elmer FTIR 1600. El método se calibró con datos de contenido de etileno medidos por <sup>13</sup>C-RMN. La cantidad relativa de C<sub>2</sub> se describe como C<sub>2</sub> total y se expresa en % en peso.

l) *Superficie específica de la sustancia de relleno*

40 La superficie específica del talco se determina según la norma DIN 66131/2, aplicando el método BET.

Además, la superficie específica se determina según el método Blaine, utilizando Blaine 10.

Preparación de los ejemplos inventivos y los ejemplos comparativos:

45 Homopolímero (A) y homopolímero (C):

50 Los homopolímeros (A) y (C) eran homopolímeros disponibles en el mercado, que presentaban las propiedades indicadas en la tabla 1. Ambos homopolímeros se obtuvieron mediante un catalizador de ZN de cuarta generación y un donante C (ciclohexilmetildimetoxisilano) en el caso del homopolímero (A), y un donante D (díciclopentildimetoxisilano) en el caso del polímero (C).

Tabla 1: Propiedades mecánicas del homopolímero (A) y el homopolímero (C)

Parámetro	Unidad	Homopolímero (A)	Homopolímero (C)
MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133)	g/10 min	0,75	20
XCS	% en peso	3	/
Módulo de flexión	MPa	/	2.000
Módulo de tracción	MPa	1.490	/
Resistencia al impacto Charpy con muesca, -20°C	kJ/m <sup>2</sup>	4,5	2,5
Isotacticidad	%	/	97,9

55 El homopolímero (A) y el homopolímero (C) se pueden preparar utilizando tecnología Borstar® en una planta con un reactor de bucle y un reactor de fase gaseosa de lecho fluidizado conectados en serie.

5 Cada uno de los polímeros brutos se granularon en presencia de antioxidantes estándar y estabilizadores de proceso. La granulación se llevó a cabo en una extrusora de doble husillo (modelo PRISM TSE24E, diámetro de husillo de 24 mm, cociente L/d de 48) con el siguiente perfil de temperaturas: Zona 1; Zona 2; Zona 3; Zona 4; Zona 5; de 210°C; 215°C 220°C 215°C 210°C, respectivamente. La velocidad del husillo se ajustó a 250 rpm y el caudal de producción a 3 kg/h. Los polímeros se secaron en un horno con la ayuda de un flujo de nitrógeno caliente, y se analizaron muestras de los mismos.

Polipropileno heterofásico (B) y polipropileno heterofásico (comparativo):

10 El polipropileno heterofásico (B) y el polipropileno heterofásico (comparativo) son polipropilenos modificados con elastómero del tipo de los copolímeros heterofásicos (HECO). Sin embargo, el VI/Am, el módulo de flexión y el módulo de tracción del polipropileno heterofásico (B), según la presente invención, se han ajustado con precisión en comparación con el polímero heterofásico (comparativo). El polipropileno heterofásico (B), según la presente invención, contribuye a mejorar la resistencia al impacto Charpy con muesca en comparación con el polímero heterofásico (comparativo) más blando. Las propiedades mecánicas del polipropileno heterofásico (B) y el polipropileno heterofásico (comparativo) son las que se indican en la tabla 2.

Tabla 2: Propiedades mecánicas del polipropileno heterofásico (B) y el polipropileno heterofásico (comparativo).

Parámetro	Unidad	Polipropileno heterofásico (B)	Polipropileno heterofásico (comparativo)
Cat/Donante		BCF20P*/D/BNT	ZN104**/D
MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) (bucle)	g/10 min	55	35
MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) (final)	g/10 min	11	12
Contenido total de C <sub>2</sub> (final)	% en peso	13	16
XCS (final)	% en peso	32	30
VI (amorfo)	dl/g	2,5	2,0
Split Loop: GPR		68/32	70/30
Módulo de flexión	MPa	950	725
Resistencia al impacto Charpy con muesca, -20°C	kJ/m <sup>2</sup>	11	8,5

\* catalizador descrito, entre otros, en el documento EP 591 224, que se incorpora al presente documento como referencia

\*\* catalizador comercial de Basell

20 El polipropileno heterofásico (B) y el polipropileno heterofásico (comparativo) se prepararon mediante tecnología Borstar® en una planta dotada con un reactor de bucle y tres reactores de fase gaseosa de lecho fluido conectados en serie. Los respectivos detalles del procedimiento se indican en la tabla 3.

Tabla 3: Preparación del polipropileno heterofásico (B) y el polipropileno heterofásico (comparativo)

SEGÚN LA INVENCION		comparativo	
Donante	BCF20/D	Donante	ZN104/D
Relación Al/Ti [mol/mol]	200	Relación Al/Ti [mol/mol]	7,5-9
Relación Al/donante [mol/mol]	13,3	Relación Al/donante [mol/mol]	3
Bucle		Bucle	
T [°C]	72	T [°C]	69
Presión [bar]	55	Presión [bar]	38
H <sub>2</sub> /C <sub>3</sub> [mol/kmol]	140	H <sub>2</sub> /C <sub>3</sub> [mol/kmol]	3.300 ppm
Alimentación de C <sub>3</sub> [kg/h]	29.900	Alimentación de C <sub>3</sub> [kg/h]	25.000
Tiempo de residencia [h]	0,67	Tiempo de residencia [h]	50-55 min
1er GPR		2º bucle	
T [°C]	80	T [°C]	69
Presión [bar]	21	Presión [bar]	38
H <sub>2</sub> /C <sub>3</sub> [mol/kmol]	140	H <sub>2</sub>	3.300 ppm
Alimentación de C <sub>3</sub> [kg/h]	3.600	Alimentación de C <sub>3</sub> [kg/h]	10.000
Tiempo de residencia [h]	1,4	Tiempo de residencia [h]	32
contenido de C <sub>2</sub> [% en peso] - si lo hay	0	contenido de C <sub>2</sub> [% en peso] - si lo hay	0
MFR [g/10 min]	55	MFR [g/10 min]	35
Split Loop/1er GPR	58:40	Split Loop/2º bucle	63-66%
2º GPR		1er GPR	
T [°C]	70	T [°C]	80
Presión [bar]	21,5	Presión [bar]	12-13
H <sub>2</sub> /C <sub>2</sub> [mol/kmol]	130	H <sub>2</sub> /C <sub>3</sub> [mol/mol]	0,20
C <sub>2</sub> /C <sub>3</sub> [mol/kmol]	550	C <sub>2</sub> /C <sub>2</sub> + C <sub>3</sub> [mol/kmol]	0,32
Alimentación de C <sub>3</sub> [kg/h]	4.700	Alimentación de C <sub>3</sub> [kg/h]	1.300
Tiempo de residencia [h]	0,65	Tiempo de residencia [h]	20 min
contenido de C <sub>2</sub> [% en peso]	8,5	contenido de C <sub>2</sub> [% en peso]	9
3er GPR		2º GPR	
T [°C]	85	T [°C]	80
Presión [bar]	14,5	Presión [bar]	12
H <sub>2</sub> /C <sub>2</sub> [mol/kmol]	95	H <sub>2</sub> /C <sub>2</sub> [mol/mol]	0,20
C <sub>2</sub> /C <sub>3</sub> [mol/kmol]	550	C <sub>2</sub> /C <sub>2</sub> + C <sub>3</sub> [mol/kmol]	0,32
Alimentación de C <sub>2</sub> [kg/h]	1.600	Alimentación de C <sub>2</sub> [kg/h]	1.800
Tiempo de residencia [h]	0,95	Tiempo de residencia [h]	23 min
C <sub>2</sub> [% en peso]	13	C <sub>2</sub> [% en peso]	7
Split 2º GPR/3er GPR	58:42	Split 2º GPR/3er GPR	0,56

Tras el proceso de polimerización, el material se granuló tal como se ha descrito anteriormente para los homopolímeros (A) y (C).

5

Preparación de la composición de polipropileno

La composición de polipropileno según la invención y comparativa se preparó por mezclado en fusión con una extrusora de doble husillo. Los detalles se indican en la tabla 4. Las propiedades mecánicas de la composición de polipropileno final se indican en la tabla 5.

10

## ES 2 484 377 T3

Tabla 4: Receta utilizada para la composición de polipropileno del ejemplo de la presente invención (EI) y el ejemplo comparativo (EC)

Ingrediente Nombre comercial	EI [% en peso]	EC [% en peso]
Homopolímero (A)	40,01	40,01
Polipropileno heterofásico (B)	19,00	/
Polipropileno heterofásico (comparativo)	/	19,00
Homopolímero (C)	10,00	10,00
Luzenac STEAMIC T1 CA	30,00	/
Luzenac A20	/	30,00
IRGANOX PS 802 FL	0,40	0,40
IRGANOX 1010 FF	0,24	0,24
LIGA CA 860 POWDER	0,20	0,20
HOSTANOX PAR 24 FF	0,15	0,15

Tabla 5: Resultados de los datos mecánicos del ejemplo de la presente invención y el ejemplo comparativo

Parámetro	Unidad	Ejemplo de la presente invención	Ejemplo comparativo	Validación*
MFR 230/2,16	g/10 min	2,6	2	+
Contenido de sustancia de relleno	% en peso	29,8	29,7	0
Módulo de tracción	MPa	3.618	3.165	++
Resistencia a la tracción	MPa	32,9	31,1	0
Módulo de flexión	MPa	3.702	3.259	+++
Resistencia a la flexión	MPa	49,3	45	+
Resistencia al impacto Charpy sin muesca, 23°C	kJ/m <sup>2</sup>	57,1	57,0	0
Resistencia al impacto Charpy sin muesca, 0°C	kJ/m <sup>2</sup>	29,1	26,7	+
HDT Met.A-1.8 MPa	°C	71,7	68	+
HDT Met.A-0.45 MPa	°C	124,4	121,2	++
VICAT Met.A -10 N	°C	155,8	154,8	0
VICAT Met.A -50 N	°C	87,4	80,2	++
SH en la dirección del flujo	%	0,9	0,9	0
SH transversal al flujo	%	0,8	0,8	0
Ensayo de perforación con instrumentos - placa de 2 mm, 23°C, 4,4 m/s				
Fuerza máxima	N	1.864,8	1.757,1	+
Energía de punción	J	7,1	6,2	+
Ensayo de perforación con instrumentos - placa de 2 mm, 0°C, 4,4 m/s				
Fuerza máxima	N	1.020,3	717,6	++++
Energía de punción	J	2,3	2,3	0
<b>Ensayos de flexión a una temperatura elevada de 50°C</b>				
MÓDULO DE FLEXIÓN	MPa	1.940,6	1.668,8	+++
RESISTENCIA A LA FLEXIÓN	MPa	30	27,5	+
DEFORMACIÓN DE FLEXIÓN A RESISTENCIA A LA FLEXIÓN	%	6	6,1	0
TENSIÓN DE FLEXIÓN AL 3,5% DE DEFORMACIÓN	MPa	27,1	24,7	+
TENSIÓN DE FLEXIÓN A LA ROTURA	MPa	29,4	27	++
DEFORMACIÓN DE FLEXIÓN A LA ROTURA	%	7,4	7,5	0
<b>Ensayos de flexión a una temperatura elevada de 80°C</b>				
MÓDULO DE FLEXIÓN	MPa	1.188,3	1.025,5	++
RESISTENCIA A LA FLEXIÓN	MPa	19,3	17,8	+
DEFORMACIÓN DE FLEXIÓN A RESISTENCIA A LA FLEXIÓN	%	6,2	6,4	0
ESFUERZO DE FLEXIÓN AL 3,5% DE TENSIÓN	MPa	17,2	15,7	+
TENSIÓN DE FLEXIÓN A LA ROTURA	MPa	18,9	17,4	+
DEFORMACIÓN DE FLEXIÓN A LA ROTURA	%	7,7	7,8	0
* Validación del rendimiento del ejemplo de la presente invención con respecto al ejemplo comparativo: ++++ excepcional +++ excelente; ++ muy bueno; + bueno; 0 sin cambios				

En conjunto, el ejemplo de la presente invención muestra una clara mejora en sus propiedades comparadas con las del ejemplo comparativo en lo que respecta al módulo de tracción, el módulo de flexión, la temperatura de deformación térmica y el comportamiento en el ensayo de Vicat. Además, el comportamiento del ejemplo de la presente invención en el ensayo de perforación con instrumentos a 0°C es excepcional en comparación con el del ejemplo comparativo. Lo mismo ocurre con las propiedades de flexión a una temperatura elevada de 50°C y 80°C, respectivamente. Estas mejoras son especialmente significativas, ya que los valores que resultan de los ensayos de resistencia Charpy sin muesca, resistencia a la tracción, resistencia a la flexión y de punción con instrumentos a 23°C permanecen inalterados o incluso mejoran.

5

10

5 Por consiguiente, la composición de polipropileno, según la presente invención, se comporta tan bien como la composición convencional en resistencia térmica, rigidez y comportamiento de pandeo. Sin embargo, en contraste con la composición de polipropileno convencional, a baja temperatura la composición de polipropileno, según la presente invención, sigue siendo dúctil y no se fragiliza. Por consiguiente, el rendimiento a baja temperatura de la composición de polipropileno, según la presente invención, mejora notablemente.

**REIVINDICACIONES**

1. Composición de polipropileno, que comprende

- 5 - del 55% al 79% en peso de mezcla polimérica de base;
- del 18% al 44,5% en peso de talco; y
- 10 - del 0,5% al 3% en peso de aditivos

con respecto al peso total de la composición de polipropileno,

en la que la mezcla polimérica de base contiene una fracción XCU y una fracción XCS, estando presente la fracción XCU en una cantidad comprendida entre el 91% y el 98% en peso y la fracción XCS en una cantidad comprendida entre el 2% y el 9% en peso;

en la que la mezcla polimérica de base contiene una cantidad de comonomero menor del 5% en peso con respecto a la mezcla polimérica de base;

20 en la que el talco tiene un tamaño de partícula mediano d50 comprendido entre 1,0 µm y 3,0 µm, medido según la norma ISO 13317-3 15 mediante un equipo Sedigraph; y

en la que la composición tiene un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 1 g/10 min y 10 g/10 min.

25 2. Composición de polipropileno, según la reivindicación 1, en la que el talco tiene un tamaño de partícula de corte d95 comprendido entre 4,5 µm y 7,5 µm, medido según la norma ISO 13317-3 mediante un equipo Sedigraph.

3. Composición de polipropileno, según la reivindicación 1 o 2, en la que el talco tiene una superficie específica comprendida entre 7,5 m<sup>2</sup>/g y 9 m<sup>2</sup>/g, determinada como superficie BET según la norma DIN 66131/2.

30 4. Composición de polipropileno, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la mezcla polimérica de base se puede obtener mezclando

35 - del 50% al 65% en peso de homopolímero (A), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 0,3 g/10 min y 2 g/10 min;

- del 20% al 32% en peso de polipropileno heterofásico (B), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 5 g/10 min y 20 g/10 min y un módulo de flexión mayor de 850 MPa, medido según la norma ISO 178; y

40 - del 10% al 20% en peso de homopolímero (C), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) mayor o igual a 10 g/10 min,

con respecto al peso total de la mezcla polimérica de base.

45 5. Composición de polipropileno, según la reivindicación 4, en la que el polipropileno heterofásico (B) tiene un contenido de XCS comprendido entre el 25% y el 39% en peso.

50 6. Composición de polipropileno, según la reivindicación 4, en la que la fracción XCS de polipropileno heterofásico (B) tiene una viscosidad intrínseca comprendida entre 2,1 dl/g y 2,9 dl/g, medida en decalina a 135°C, según las normas DIN EN ISO 1628-1 y 1628-3.

7. Composición de polipropileno, según la reivindicación 4, en la que el homopolímero (C) es un homopolímero nucleado.

55 8. Composición de polipropileno, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la relación módulo de tracción/talco es mayor de 110 MPa/% en peso, midiéndose el módulo de tracción según la norma ISO 527-2 y expresándose el peso del talco con respecto al peso total de la composición de polipropileno.

60 9. Composición de polipropileno, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la relación módulo de flexión/talco es mayor de 113 MPa/% en peso, midiéndose el módulo de flexión según la norma ISO 178 y expresándose el peso del talco con respecto al peso total de la composición de polipropileno.

65 10. Composición de polipropileno, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la fuerza máxima en el ensayo de perforación con instrumentos a 0°C es mayor de 800 N, medida según la norma ISO 6603-2.



11. Composición de polipropileno, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la composición tiene un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 2,1 g/10 min y 3,5 g/10 min.
- 5 12. Procedimiento para la producción de una composición de polipropileno, mediante el mezclado de entre el 55% y el 79% en peso de mezcla polimérica de base, entre el 18% y el 44,5% en peso de talco y entre el 0,5% y el 3% en peso de aditivos, con respecto al peso total de la composición de polipropileno, en el que la mezcla polimérica de base comprende
- 10 - del 50% al 65% en peso de homopolímero (A), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 0,3 g/10 min y 2 g/10 min;
- 15 - del 20% al 32% en peso de polipropileno heterofásico (B), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 5 g/10 min y 20 g/10 min y un módulo de flexión mayor de 850 MPa, medido según la norma ISO 178; y
- del 10% al 20% en peso de homopolímero (C), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) mayor de 10 g/10 min,
- 20 con respecto al peso total de la mezcla polimérica de base.
13. Composición de polipropileno, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el polipropileno heterofásico (B) se produce en 4 reactores secuenciales.
- 25 14. Composición de polipropileno, según la reivindicación 13, en la que los 4 reactores secuenciales son una combinación de un reactor de bucle y tres reactores de fase gaseosa acoplados en serie.
15. Composición de polipropileno, según la reivindicación 14, en la que la producción del polipropileno heterofásico (B) comprende
- 30 - la preparación de un primer polímero, en un reactor de bucle, con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 50 g/10 min y 60 g/10 min;
- 35 - la transferencia del producto a un primer reactor de fase gaseosa para la preparación de un segundo polímero, con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 50 g/10 min y 60 g/10 min;
- la transferencia del producto a un segundo reactor de fase gaseosa para la preparación de un tercer polímero, con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 10 g/10 min y 25 g/10 min; y
- 40 - la transferencia del producto a un tercer reactor de fase gaseosa para la preparación del polipropileno heterofásico (B), con un MFR (230°C/2,16 kg; ISO 1133) comprendido entre 5 g/10 min y 20 g/10 min, y un módulo de flexión mayor de 850 MPa, medido según la norma ISO 178.
16. Artículo preparado con la composición de polipropileno, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
- 45 17. Artículo, según la reivindicación 16, en el que el artículo es una base para electrodomésticos.