

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 524 607**

51 Int. Cl.:

C08K 5/524 (2006.01)

C08K 5/527 (2006.01)

C08K 5/51 (2006.01)

C08K 5/42 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.08.2006 E 06777125 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.10.2014 EP 1919997**

54 Título: **Composición de poliolefina que comprende un catalizador de condensación de silanol sin decoloración**

30 Prioridad:

31.08.2005 EP 05018918

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

10.12.2014

73 Titular/es:

**BOREALIS TECHNOLOGY OY (100.0%)
P.O. BOX 330
06101 PORVOO, FI**

72 Inventor/es:

**HAGSTRAND, PER-OLA;
PALMLÖF, MAGNUS;
NYLANDER, PERRY y
ODERKERK, JEROEN**

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Luis Alfonso

ES 2 524 607 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 poliolefina que comprende un catalizador de condensación de silanol sin decoloración

5 La presente invención se refiere a una composición de poliolefina que comprende una poliolefina reticulable con grupos silano hidrolizables y un catalizador de condensación de silanol, una mezcla madre para una composición de poliolefina reticulable que comprende un polímero y un catalizador de condensación de silanol, una poliolefina estabilizada que contiene grupos silano reticulados, en la que la reticulación se ha realizado mediante la utilización de un catalizador de condensación de silanol, y a la utilización de una mezcla de estabilizadores para estabilizar una
10 composición de poliolefina que comprende una poliolefina reticulable con grupos silano hidrolizables y un catalizador de condensación de silanol. La composición de poliolefina de la presente invención se puede utilizar para tuberías, alambres y cables, películas, fibras y aplicaciones de moldeo.

15 Se conoce la reticulación de poliolefinas mediante aditivos, ya que éstos mejoran las propiedades de la poliolefina, tales como la resistencia mecánica y resistencia al calor químico. La reticulación se puede realizar mediante condensación de grupos silanol contenidos en la poliolefina que se pueden obtener mediante la hidrólisis de grupos silano. Se puede introducir un compuesto de silano como grupo reticulable, por ejemplo, mediante el injerto del compuesto de silano en una poliolefina, o mediante la copolimerización de monómeros de olefina y monómeros que contienen grupos silano. Dichas técnicas se conocen, por ejemplo, de los documentos US 4.413.066, US 4.297,310,
20 US 4.351.876, US 4.397.981, US 4.446.283 y US 4.456.704.

25 Para la reticulación de dichas poliolefinas, se debe utilizar un catalizador de condensación de silanol. Los catalizadores convencionales son, por ejemplo, compuestos orgánicos de estaño, tales como dilaurato de dibutil estaño (DBTDL). Se conoce, además, que el proceso de reticulación se lleva a cabo de manera ventajosa en presencia de catalizadores de condensación de silanol ácidos. A diferencia de los catalizadores orgánicos de estaño convencionales, los catalizadores ácidos permiten que la reticulación tenga lugar rápidamente a temperatura ambiente. Dichos catalizadores de condensación de silanol ácidos se dan a conocer, por ejemplo, en el documento WO 95/17463.

30 El catalizador de condensación de silanol se añade habitualmente al polímero que contiene grupos silano mediante la combinación del polímero con la denominada mezcla madre, en el que el catalizador, y de manera opcional, aditivos adicionales están contenidos en una matriz polimérica, por ejemplo poliolefina, en forma concentrada.

35 Sin embargo, es un problema que las mezclas madre que contienen un catalizador de condensación de silanol, en particular, mezclas madre que contienen un catalizador ácido, por ejemplo un ácido sulfónico, sufran de un color amarillo/amarronado habitual, es decir, una decoloración, en comparación con los polímeros de la matriz incoloros por sí mismos.

40 Se conoce, además, que es necesario añadir estabilizadores a una poliolefina a efectos de asegurar su estabilidad a largo plazo. En particular, se añaden estabilizadores a la poliolefina que la protegen de la degradación causada mediante oxidación térmica, radiación UV, procesamiento, degradación oxidativa y mediante la penetración de iones metálicos, tales como iones de cobre.

45 El estabilizador se añade habitualmente a la poliolefina junto con el catalizador de condensación de silanol con la mezcla madre. Sin embargo, se ha encontrado que los estabilizadores habituales utilizados, tales como el producto de reacción butilado de p-cresol y dicitropentadieno (Lowinox CPL[®]) o 1,3,5-tri-metil-2,4,6-tris-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)benceno (Irganox 1330[®]), incrementan drásticamente la decoloración de la mezcla madre, es decir, intensifican drásticamente el color amarillo/amarronado de la mezcla madre. Incluso un polímero sin antioxidante toma el color amarronado del catalizador.

50 Como resultado de la decoloración de la mezcla madre, también los productos finales, es decir, la poliolefina que contiene grupos silano después de haberse combinado con la mezcla madre, muestran un color amarillo/amarronado. Dicha decoloración, sin embargo, es altamente indeseable debido a que el producto final aparece degradado o aparece degradado en un tiempo relativamente corto, y además el producto es difícil de pigmentar, como mínimo, para producir colores claros.

55 Por lo tanto, un primer objetivo de la presente invención es dar a conocer una mezcla de aditivos para una poliolefina que contiene grupos silano que comprende un catalizador de condensación de silanol, en particular un catalizador de condensación de silanol ácido, que disminuye la decoloración de la mezcla madre, si se utiliza, e, incluso de manera más importante, disminuye la decoloración del producto final.

Además, se conoce que para una poliolefina estabilizada, el tiempo de inducción de oxígeno (OIT) es un parámetro crucial. Cuanto mayor es el OIT, mejor es la estabilización del polímero, y por tanto, es deseable un OIT largo.

65 Por consiguiente, un segundo objetivo de la presente invención es dar a conocer una mezcla de para una poliolefina que contiene grupos silano que comprende un catalizador de condensación de silanol, en particular un catalizador

de condensación de silanol ácido, que muestra un OIT incrementado.

Naturalmente, los componentes de la mezcla de aditivos adicionalmente no deben causar problemas de exudación, no deben ocasionar malos olores y no deben inhibir la actividad del catalizador.

5 De manera sorprendente, en la presente invención se ha encontrado que los objetivos anteriores se pueden conseguir mediante una mezcla de aditivos que, además de un catalizador de condensación de silanol, comprende un compuesto que contiene P, y de manera opcional, un antioxidante habitual.

10 Por lo tanto, la presente invención da a conocer una composición de poliolefina que comprende una poliolefina reticulable con grupos silano hidrolizables y un catalizador de condensación de silanol, caracterizada porque comprende además:

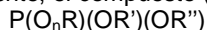
(A) un compuesto que contiene uno o más grupos $PO_m(O_nR)(O_oR')(O_pR'')$, en los que R, R' y R'' son residuos orgánicos iguales o diferentes; m es 0 ó 1; n, o, y p son cada uno 0 ó 1; y $n + o + p = 1$ a 3.

15 Se ha encontrado que la composición de poliolefina, según la presente invención, muestra un comportamiento de decoloración mejorado de manera significativa, es decir, la decoloración amarilla/amarronada no aparece o, como mínimo, se reduce de manera significativa. De este modo, el compuesto (A) también se puede designar para actuar como "blanqueador" o coagente de decoloración. Al mismo tiempo, el compuesto (A) actúa como un estabilizador del proceso que es activo en la etapa de combinación y reticulación.

20 De manera preferente, la composición de poliolefina de la presente invención comprende (B) un antioxidante que no contiene fósforo.

Se ha encontrado que, en particular, el OIT se mejora mucho más de lo que podría haberse esperado a partir de los valores de OIT obtenidos con los compuestos (A) o (B) solos.

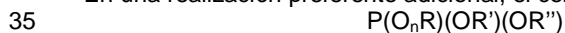
25 En una realización preferente, el compuesto (A) es un compuesto según la fórmula:



en el que

30 R, R' y R'' son iguales o diferentes y, como mínimo, R, R', o R'' es un residuo que comprende, como mínimo, 2, de manera más preferente, como mínimo, 6 átomos de C, y de la manera más preferente, como mínimo, 10 átomos de C, y n es 0 ó 1.

En una realización preferente adicional, el compuesto (A) es un compuesto según la fórmula:

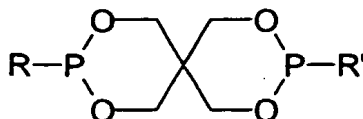


en el que

40 R, R' y R'' son iguales o diferentes y, como mínimo, R, R', o R'' es un residuo fenilo sustituido que comprende, como mínimo, un grupo terc-butilo o un grupo hidrocarbilo lineal que comprende, como mínimo, 10 átomos de C, y n es 0 ó 1.

45 El compuesto (A) se puede elegir, de manera preferente, por ejemplo, entre los siguientes compuestos: bis(2,4-dicumilfenil)pentaeritritoldifosfito (Doverphos S-9228 T[®], N° CAS 154862-43-8); tris(2,4-di-t-butilfenil)fosfito (Irgaphos 168 FF[®], N° CAS 31570-04-4); di-estearil-pentaeritritil-difosfito (Weston 618[®], N° CAS 3806-34-6); tetrakis(2,4-di-t-butilfenil)-4,4'-bifenileno-di-fosfonito (Irgafos P-EPQ FD[®], N° CAS 38613-77-3 119345-01-6), Sumilizer GP[®] (N° CAS 203255-81-6), Ultrinox 624[®] (N° CAS 26741-53-7), Irgafos 38[®] (N° CAS 145650-60-8), Ultrinox 641[®] (N° CAS 161717-32-4), Reophos RDP[®] (N° CAS 57583-54-7), Dequest 2016D[®] (N° CAS 3794-83-0), y Dequest 4066[®] (sal de sodio de dietilentriamina penta(ácido metileno-fosfónico)).

50 En una realización particularmente preferente, el compuesto (A) es un compuesto según la fórmula:



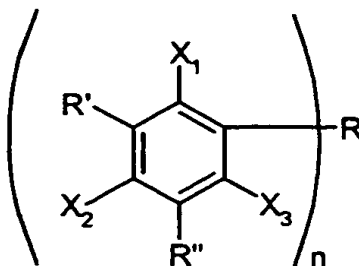
55 en el que R y R' son cada uno igual o diferente y son un residuo que comprende, como mínimo, 6 átomos de C, de manera más preferente, como mínimo, 10 átomos de C, y de la manera más preferente, es un residuo de fenilo sustituido que comprende, como mínimo, un grupo terc-butilo o un grupo hidrocarbilo lineal que comprende como mínimo 10 átomos de C.

60 En la composición de polímero, según la presente invención, el compuesto (A) está presente, de manera preferente, en una cantidad del 0,01 al 3% en peso, de manera más preferente, del 0,03 al 1% en peso, y de la manera más preferente, del 0,04 al 0,4% en peso.

65 De manera preferente, la cantidad total de compuesto (A) y (B) en la composición de polímero final es del 0,02 al 3% en peso, de manera más preferente del 0,1 al 2% en peso, y de la manera más preferente, del 0,2 al 1% en peso.

El compuesto (B) es, de manera preferente, un antioxidante que es neutro o ácido, debe comprender un grupo fenol impedido estéricamente o grupos de azufre alifáticos. Dichos compuestos se dan a conocer en el documento EP1254923 por ser antioxidantes particularmente adecuados para la estabilización de poliolefinas que contienen grupos silano hidrolizables que se reticulan con un catalizador de condensación de silanol, en particular un catalizador de condensación de silanol ácido. En el documento WO2005003199A1 se dan a conocer otros antioxidantes preferentes.

De manera más preferente, el compuesto (B) es un estabilizante que es neutro o ácido, no contiene grupos éster, no contiene fósforo, y es un compuesto según la fórmula:



en el que

R es un radical hidrocarbilo alifático o aromático, sustituido o no sustituido, que puede comprender heteroátomos;

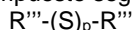
R' es un radical hidrocarbilo,

R'' es un radical hidrocarbilo,

y R' y/o R'' es un radical voluminoso,

X₁, X₂ y X₃ son iguales o diferentes entre H u OH, en los que, como mínimo, X₁, X₂ o X₃ es OH, y n es 1 a 4;

o un compuesto según la fórmula:



en el que

R''' es un radical hidrocarbilo alifático y

p es de 1 a 6.

Una vez más, dichos compuestos se han dado a conocer en el documento EP1254923, y todos los compuestos que no contienen fósforo descritos como preferentes en el mismo también son preferentes como compuestos (B) para la presente invención.

Entre los ejemplos particularmente preferentes para el compuesto (B) se encuentran el 1,3,5-tri-metil-2,4,6-tris-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)benceno (Irganox 1330[®], N^o CAS 1709-70-2); 2,5,7,8-tetrametil-2(4',8',12'-trimetiltridecil)-croman-6-ol (Irganox E 201[®], N^o CAS 10191-41-0); producto de reacción butilado de p-cresol y dicitlopentadieno (Ralox LC, N^o CAS 31851-03-3, 68610-51-5) y tetrakis-(metilen-(3,5-di-terc-butil-4-hidrocinnamato)metano (Irganox 1010[®]).

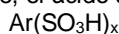
De manera preferente, el compuesto (B) está presente en la composición en una cantidad del 0,01 al 3% en peso, de manera más preferente, del 0,05 al 2% en peso, y de la manera más preferente, del 0,08 al 1,5% en peso.

Los ejemplos para los catalizadores de condensación de silanol de la composición de polímero comprenden ácidos de Lewis, ácidos inorgánicos, tales como ácido sulfúrico y ácido clorhídrico, y ácidos orgánicos, tales como ácido cítrico, ácido esteárico, ácido acético, ácido sulfónico y ácidos alcanicos, tales como ácido dodecanoico, o un precursor de cualquiera de los compuestos mencionados.

De manera preferente, se utiliza un ácido de Brønsted o un precursor del mismo, como catalizadores de condensación de silanol ácidos, de manera más preferente, un ácido sulfónico, y de manera aún más preferente, un ácido sulfónico orgánico.

De manera aún más preferente, el ácido de Brønsted es un ácido sulfónico orgánico que comprende 10 átomos de C o más, de manera más preferente, 12 átomos de C o más, y de la manera más preferente, 14 átomos de C o más, comprendiendo el ácido sulfónico adicionalmente, como mínimo, un grupo aromático que puede ser, por ejemplo, un grupo benceno, naftaleno, fenantreno o antraceno. En el ácido sulfónico orgánico, pueden estar presentes uno, dos o más grupos de ácido sulfónico, y el grupo o grupos de ácido sulfónico pueden estar unidos a un grupo no aromático, o de manera preferente, a un grupo aromático, del ácido sulfónico orgánico.

De manera más preferente, el ácido sulfónico orgánico aromático comprende el elemento estructural:



siendo Ar un grupo arilo que puede estar sustituido o no sustituido, y siendo x, como mínimo, 1.

5 El catalizador de condensación de silanol de ácido sulfónico orgánico aromático puede comprender la unidad estructural según la fórmula una o varias veces, por ejemplo, dos o tres veces. Por ejemplo, se pueden unir entre sí dos unidades estructurales según la fórmula a través de un grupo puente, tal como un grupo alquileo.

De manera preferente, Ar es un grupo arilo que está sustituido, como mínimo, con un grupo hidrocarbilo C₄ a C₃₀, de manera más preferente, un grupo alquilo C₄ a C₃₀.

10 El grupo arilo Ar es, de manera preferente, un grupo fenilo, un grupo naftaleno o un grupo aromático que comprende tres anillos fusionados, tales como fenantreno y antraceno.

De manera preferente, en la fórmula, x es 1, 2 ó 3, y de manera más preferente, x es 1 ó 2.

15 Además, de manera preferente, el compuesto utilizado como catalizador de condensación de silanol de ácido sulfónico orgánico aromático tiene de 10 a 200 átomos de C, de manera más preferente, de 14 a 100 átomos de C.

20 De manera más preferente, el Ar es un grupo arilo sustituido con hidrocarbilo y, conteniendo el compuesto global de 14 a 28 átomos de carbono y, de manera aún más preferente, el grupo Ar es un anillo de benceno o naftaleno sustituido con hidrocarbilo, conteniendo el radical o radicales de hidrocarbilo de 8 a 20 átomos de carbono en el caso del benceno y de 4 a 18 átomos en el caso del naftaleno.

25 De manera más preferente, el radical hidrocarbilo es un sustituyente alquilo que tiene de 10 a 18 átomos de carbono y, de manera aún más preferente, el sustituyente alquilo contiene 12 átomos de carbono y se selecciona entre dodecilo y tetrapropilo. Debido a la disponibilidad comercial, lo más preferente es que el grupo arilo sea un grupo benceno sustituido con un sustituyente alquilo que contiene 12 átomos de carbono.

30 Los compuestos actualmente más preferentes son ácido dodecibencenosulfónico y ácido tetrapropilbencenosulfónico.

35 El catalizador de condensación de silanol también puede ser precursor del compuesto de ácido sulfónico, incluyendo todas sus realizaciones preferentes mencionadas, es decir, un compuesto que se convierte mediante hidrólisis en dicho compuesto. Dicho precursor es, por ejemplo, el anhídrido de ácido de un compuesto de ácido sulfónico, o un ácido sulfónico que se ha provisto con un grupo protector hidrolizable, tal como, por ejemplo, un grupo acetilo, que se puede eliminar mediante hidrólisis.

Además, los catalizadores de ácido sulfónico preferentes son aquellos descritos en los documentos EP1309631 y EP1309632, a saber,

40 a) un compuesto seleccionado del grupo de

(i) un ácido monosulfónico de naftaleno alquilado sustituido con 1 a 4 grupos alquilo, en el que cada grupo alquilo es un alquilo lineal o ramificado con de 5 a 40, de manera preferente, de 5 a 20, átomos de carbono, siendo cada grupo alquilo igual o diferente y en el que el número total de átomos de carbono en los grupos alquilo está en el intervalo de 20 a 80 átomos de carbono;

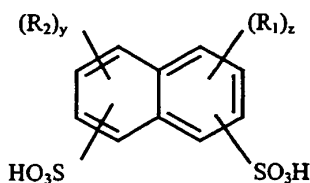
45 (ii) un ácido arilalquilsulfónico, en el que el arilo es fenilo o naftilo y está sustituido con 1 a 4 grupos alquilo, en el que cada grupo alquilo es un alquilo lineal o ramificado con de 5 a 40, de manera preferente, de 5 a 20, átomos de carbono, siendo cada grupo alquilo igual o diferente y en el que el número total de átomos de carbono en los grupos alquilo está en el intervalo de 12 a 80 átomos de carbono;

50 (iii) un derivado de (i) o (ii) seleccionado del grupo que comprende un anhídrido, un éster, un acetilato, un éster bloqueado con epoxi y una sal de amina de los mismos, que es hidrolizable al correspondiente ácido monosulfónico de alquilnaftaleno o ácido arilalquilsulfónico;

(iv) una sal metálica de (i) o (ii), en la que el ion metálico se selecciona del grupo que comprende cobre, aluminio, estaño y zinc; y

55 b) un compuesto seleccionado del grupo de

(i) un ácido arildisulfónico alquilado seleccionado del grupo que comprende la estructura:



60 y la estructura:
65

como metil(met)acrilato.

Los comonómeros especialmente preferentes son acrilato de butilo, acrilato de etilo y acrilato de metilo.

5 Dos o más de dichos compuestos olefínicamente insaturados se pueden utilizar combinados. El término "ácido (met)acrílico" pretende abarcar tanto el ácido acrílico como el ácido metacrílico. El contenido de comonómero del copolímero puede llegar al 70% en peso del copolímero, de manera preferente, aproximadamente del 0,5 al 35% en peso, de la manera más preferente aproximadamente del 1 al 30% en peso.

10 Si se utiliza un polímero de injerto, éste puede producirse, por ejemplo, mediante cualquiera de los dos métodos descritos en los documentos US 3.646.155 y US 4.117.195, respectivamente.

15 La poliolefina que contiene silano, según la presente invención, contiene, de manera preferente, del 0,001 al 15% en peso del compuesto de silano, de manera más preferente, del 0,01 al 5% en peso, de la manera más preferente, del 0,1 al 2% en peso.

La composición de poliolefina de la presente invención tiene, de manera preferente, un tiempo de inducción de oxígeno OIT de más de 30 min.

20 La composición de polímero, según la presente invención, puede contener además varios aditivos, tales como termoplásticos miscibles, estabilizantes adicionales, lubricantes, cargas, agentes colorantes y agentes espumantes.

25 El catalizador de condensación de silanol y el compuesto (A) y, de manera opcional, (B) se añaden, de manera preferente, al polímero que contiene grupos silano mediante la combinación de una mezcla madre, que contiene el catalizador de condensación de silanol y el compuesto (A) y, de manera opcional, (B) en una matriz polimérica en forma concentrada, con la poliolefina que contiene grupos silano.

30 Por consiguiente, la presente invención también se refiere a una mezcla madre para una composición de poliolefina reticulable que comprende un polímero y un catalizador de condensación de silanol, caracterizada por el hecho de que comprende además

(A) un compuesto que contiene uno o más grupos $PO_m(O_nR)(O_oR')(O_pR'')$, en los que R, R' y R'' son residuos orgánicos iguales o diferentes; m es 0 ó 1; n, o, y p son cada uno 0 ó 1; y $n + o + p = 1$ a 3.

35 Naturalmente, todas las realizaciones preferentes referentes al catalizador de condensación de silanol, el compuesto (A) y el compuesto (B) también son preferentes para la mezcla madre de la presente invención.

40 Habitualmente, la mezcla madre comprende además un polímero de matriz, de manera preferente, una poliolefina, de manera más preferente, un polietileno, que puede ser un homopolímero o copolímero de etileno, por ejemplo polietileno de baja densidad, o copolímero de polietileno-metil-etil-butil-acrilato que contiene del 1 al 50 por ciento en peso del acrilato, y mezclas de los mismos. De manera más preferente, se utiliza un polietileno de alta densidad o de densidad media como polímero de matriz. Además, es preferente que el polímero de matriz sea un polímero bimodal.

45 Tal como se ha indicado, en la mezcla madre, los compuestos a añadir al polímero que contiene grupos silano están contenidos en forma concentrada, es decir, en una cantidad mucho más elevada que en el producto final.

Por consiguiente, el compuesto (A) está presente, de manera preferente, en la mezcla madre en una cantidad del 0,3 al 5% en peso, de manera más preferente, del 0,5 al 3,5% en peso.

50 El compuesto (B) está presente, de manera preferente, en la mezcla madre en una cantidad del 1 al 20% en peso, de manera más preferente, del 4 al 15% en peso.

55 Además, la mezcla madre comprende, de manera preferente, el catalizador de condensación de silanol ácido en una cantidad del 0,3 al 6% en peso, de manera más preferente, del 0,7 al 3,5% en peso.

La mezcla madre se combina, de manera preferente, con el polímero que contiene grupos silano en una cantidad del 1 al 10% en peso, de manera más preferente, del 2 al 8% en peso.

60 La combinación se puede realizar mediante cualquier proceso de combinación conocido, incluyendo la extrusión del producto final con un extrusor de tornillo o una amasadora.

La presente invención se refiere además a una poliolefina estabilizada que contiene grupos silano reticulados, en la que la reticulación se ha realizado mediante la utilización de un catalizador de condensación de silanol, caracterizado por el hecho de que comprende

65 (A) un compuesto que contiene uno o más grupos $PO_m(O_nR)(O_oR')(O_pR'')$, en los que R, R' y R'' son residuos orgánicos iguales o diferentes; m es 0 ó 1; n, o, y p son cada uno 0 ó 1; y $n + o + p = 1$ a 3,

y a la utilización de

(A) un compuesto que contiene uno o más grupos $\text{PO}_m(\text{O}_n\text{R})(\text{O}_o\text{R}')(\text{O}_p\text{R}'')$, en los que R, R' y R'' son residuos orgánicos iguales o diferentes; m es 0 ó 1; n, o, y p son cada uno 0 ó 1; y $n + o + p = 1$ a 3;

5 para estabilizar una composición de poliolefina que comprende una poliolefina reticulable con grupos silano hidrolizables y un catalizador de condensación de silanol.

Aún adicionalmente, la presente invención se refiere a un artículo, tal como una tubería, un alambre o un cable, una película, una fibra o un artículo moldeado, de manera más preferente, una tubería, que comprende la composición de la presente invención.

10

Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar adicionalmente la presente invención.

Ejemplos

15 1. Definiciones

a) Índice de fluidez

20 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 lo tanto, la capacidad de procesamiento del polímero. Cuanto más elevado sea el índice de fluidez, menor será la viscosidad del polímero. El MFR se determina a 190°C y se puede determinar a diferentes cargas, tales como 2,16 kg (MFR₂).

b) Índice de amarilleamiento

25 El índice de amarilleamiento se midió según la norma ASTM E313 (fuente de luz: D65, 10 grados). Como equipo, se utilizó Spectraflash SF600.

c) Índice de blancura

30 El índice de blancura se midió como la blancura CIE, CIE 1964. Como equipo, se utilizó Spectraflash SF600.

d) Tiempo de inducción de oxígeno (OIT)

35 El OIT se midió según las normas EN728 e ISO TR 10837 a una temperatura de 210°C con atmósfera de O₂.

2. Experimentos

40 Se produjeron mezclas madres que comprendían como resina de matriz un polietileno con una densidad de 954 kg/m³ y un MFR₂ de 4,0 g/10 min (BCM 5440), y los componentes adicionales indicados en la tabla 1. En esta tabla, se indican también las cantidades de los componentes en las mezclas madre. La combinación de las mezclas madre se llevó a cabo utilizando una amasadora Brabender (cámara pequeña, 47 cm³), y se moldearon por compresión placas de 3 mm de grosor a 180°C.

45 Como antioxidante se utilizó el siguiente compuesto: 1,3,5-tri-metil-2,4,6-tris-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)benceno (Irganox 1330[®], N° CAS 1709-70-2).

50 Como estabilizadores que contienen fósforo, se utilizaron los siguientes compuestos: bis(2,4-dicumilfenil)pentaeritritoldifosfito (Doverphos S-9228 T[®], N° CAS 154862-43-8); tris(2,4-di-t-butilfenil)fosfito (Irgaphos 168 FF[®], N° CAS 31570-04-4); di-estearil-pentaeritritil-difosfito (Weston 618[®], N° CAS 3806-34-6); tetrakis(2,4-di-t-butilfenil)-4,4'-bifenileno-di-fosfonito (Irgafos P-EPQ FD[®], N° CAS 38613-77-3 119345-01-6), Sumilizer GP[®] (N° CAS 203255-81-6), Ultrinox 624[®] (N° CAS 26741-53-7), Irgafos 38[®] (N° CAS 145650-60-8), Ultrinox 641[®] (N° CAS 161717-32-4), Reophos RDP[®] (N° CAS 57583-54-7), Dequest 2016D[®] (N° CAS 3794-83-0), y Dequest 4066[®] (sal de sodio de dietilentriamina penta(ácido metileno-fosfónico)).

55 Como catalizador de condensación de silanol, se ha utilizado el ácido sulfónico de alquilbenceno lineal (DDBSA).

De las mezclas madres obtenidas se registraron el índice de amarilleamiento y la blancura CIE. Además, se inspeccionó ópticamente el color de las mezclas madre y se clasificó en una escala de 1 a 8.

60

Las mezclas madre de la tabla 1 se combinaron con un polietileno que contenía grupos silano con una densidad de 923 kg/m³, un MFR₂ de 0,9 g/10 min y un contenido de copolímero de silano del 1,3% en peso (Visico LE 4423[®] de Borealis) en una amasadora Brabender, seguido de la extrusión en cinta. Se moldearon por compresión placas de 3 mm de grosor a 180°C. Los resultados de las mediciones de amarilleamiento, blancura y OIT también se indican en la tabla 1.

65

Tabla 1:

Formulación	F1 (Co.)	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9	F10	F11	F12	F13
BCM 5440	90,3	87,3	87,3	87,3	87,3	87,3	87,3	87,3	87,3	87,3	87,3	87,3	95,3
DBSA	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7
Irganox 1330	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	
Irganox 1010													
Doverpbos		3											3
S-9228 T													
Irgafos 168			3										
Weston 618				3									
(Irgafos P-EPQ					3								
Sumilizer GP						3							
Irgafos 38							3						
Ultrinox 641								3					
Reophos RDP									3				
Dequest 2016D										3			
Dequest 4066											3		
Total	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Mezcla madre													
Blancura CIE	-76,4	-36,7	-67,9	25,8	22,2	-57,3	-51,0	-35,4	-44,3	-31,2	-5,8	-0,4	38,1
Amarilleamiento	49,4	32,4	47,6	11,5	12,2	44,2	39,2	33,8	37,0	33,2	23,8	17,8	5,7
Clasificación del color [1-6] (POH)	6	3	4	1	2	5	3	4	6	5	3	2	1
Visico LE4423 mezclado con la mezcla madre (mezclas finales)													
Blancura CIE	-94,1	45,6	28,5	54,8	36,2	12,9	42,8	45,5	-30,4	44,9	47,2	55,5	52,1
Amarilleamiento	51,0	-0,12	6,44	-333	3,99	12,9	1,04	-0,04	28,8	0,36	-0,41	-3,7	-2,6
OIT/min	23	41	42	42	50	46	37	37	28	48	47	36	0

REIVINDICACIONES

1. Utilización de

- 5 (A) un compuesto que contiene uno o más grupos $PO_m(O_nR)(O_oR')(O_pR'')$, en los que R, R' y R'' son residuos orgánicos iguales o diferentes; m es 0 ó 1; n, o, y p son cada uno 0 ó 1; y $n + o + p = 1$ a 3; y
 como coagente de decoloración en una composición de poliolefina que comprende una poliolefina reticulable con grupos silano hidrolizables, un catalizador de condensación de silanol y
 10 (B) un antioxidante que no contiene fósforo.

2. Utilización, según la reivindicación 1, en la que el compuesto (A) es un compuesto según la fórmula:



- 15 en el que R, R' y R'' son iguales o diferentes y, como mínimo, R, R', o R'' es un residuo que comprende, como mínimo, 2, de manera más preferente, 6 átomos de C, y n es 0 ó 1.

3. Utilización, según la reivindicación 2, en la que el compuesto (A) es un compuesto según la fórmula:



- y en el que R, R' y R'' son iguales o diferentes y, como mínimo, R, R', o R'' es un residuo que comprende, como mínimo, 10
 20 átomos de C, y n es 0 ó 1.

4. Utilización, según la reivindicación 3, en la que el compuesto (A) es un compuesto según la fórmula:



- 30 en el que R, R' y R'' son iguales o diferentes y, como mínimo, R, R', o R'' es un residuo fenilo sustituido que comprende, como mínimo, un grupo terc-butilo o un grupo hidrocarbilo lineal que comprende, como mínimo, 10 átomos de C, y
 35 n es 0 ó 1.

5. Utilización, según cualquiera de las realizaciones anteriores, en la que, en la composición de poliolefina, el compuesto (A) está presente en una cantidad del 0,01% al 3% en peso.

6. Utilización, según cualquiera de las realizaciones anteriores, en la que, en la composición de poliolefina, la cantidad de los compuestos (A) y (B) es del 0,02% al 3% en peso.

7. Utilización, según cualquiera de las realizaciones anteriores, en la que, en la composición de poliolefina, el compuesto (B) está presente en una cantidad del 0,01% al 3% en peso.

8. Utilización, según cualquiera de las realizaciones anteriores, en la que el catalizador de condensación de silanol es un ácido sulfónico orgánico.

9. Utilización, según la reivindicación 8, en la que el ácido sulfónico orgánico contiene el elemento estructural:



siendo Ar un grupo arilo que puede estar sustituido o no sustituido, y
 siendo x, como mínimo, 1.

10. Utilización, según cualquiera de las realizaciones anteriores, en la que, en la composición de poliolefina, el catalizador de condensación de silanol está presente en una cantidad del 0,0001 al 6% en peso.

11. Utilización, según cualquiera de las realizaciones anteriores, en la que la poliolefina reticulable con grupos silano hidrolizables es un polietileno con grupos silano hidrolizables.

12. Utilización, según cualquiera de las realizaciones anteriores, en la que la poliolefina reticulable con grupos silano hidrolizables, comprendida en la composición de poliolefina, los grupos silano están presentes en una cantidad del 0,001 al 15% en peso.