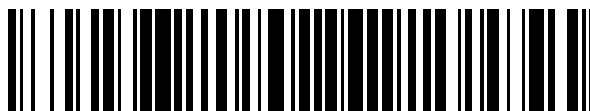


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 585 238**

51 Int. Cl.:

C08L 23/10 (2006.01)
C08L 23/12 (2006.01)
C08J 3/00 (2006.01)
C08L 23/14 (2006.01)
C08L 23/16 (2006.01)
D01F 6/46 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.12.2009** **E 09768477 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.05.2016** **EP 2376559**

54 Título: **Procedimiento para formar mezclas poliméricas**

30 Prioridad:

29.12.2008 US 141164 P

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

04.10.2016

73 Titular/es:

EXXONMOBIL CHEMICAL PATENTS INC.
(100.0%)
5200 Bayway Drive
Baytown, TX 77520, US

72 Inventor/es:

ESWARAN, VETKAV, R.;
HARRINGTON, BRUCE, A.;
BAHM, ROBERT, F. y
KACKER, SMITA

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 585 238 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

Procedimiento para formar mezclas poliméricas

Campo de la invención

5 Las realizaciones de la presente invención se refieren a métodos para formar mezclas de elastómero basado en propileno y resina termoplástica basada en propileno.

Antecedentes de la invención

Los elastómeros basados propileno, que pueden haber sido denominados copolímeros de propileno semi-amorfos o copolímeros basados en propileno cristalizables, se han empleado en la fabricación de fibras y telas no tejidas. Estos copolímeros se mezclan a menudo con otros polímeros en la búsqueda de varias propiedades deseables.

10 Por ejemplo, la Publicación de EE.UU. No. 2005/0107529 enseña fibras preparadas a partir de elastómeros basados en propileno. Los ejemplos 1-4 enseñan la producción de fibras a partir de una masa fundida que contiene un copolímero de propileno-etileno de MFR 20 que contiene 15 por ciento en peso de etileno junto con un homopolímero de propileno. El homopolímero de propileno es un homopolímero de MFR 36 o un homopolímero de MFR 400. Las fibras se forman empleando una línea de hilado de fibra convencional en el modo de hilo parcialmente orientado. Las fibras y telas no tejidas preparadas a partir de ellas se pueden termoendurecer para proporcionar telas duraderas.

15 La Patente de EE.UU. No. 6.218.010 enseña una mezcla de copolímero de etileno-propileno que es apropiada para la fabricación de fibras y telas termosoldadas no tejidas que tiene suavidad en condiciones de proceso económicamente aceptables. La mezcla comprende un copolímero al azar que tiene un contenido de etileno de alrededor de 1 a alrededor de 5% en peso en una cantidad de alrededor de 40 a alrededor de 90% en peso de la mezcla; y un segundo copolímero de etileno-propileno que tiene un contenido de etileno de alrededor de 5 a alrededor de 40% en peso, en una cantidad de alrededor de 10 a alrededor de 60% en peso de la mezcla. Las mezclas de copolímeros se describen como preparadas por un procedimiento de multi-reactor que comprende una primera etapa de polimerizar una mezcla de etileno y propileno en reactores individuales o múltiples, en presencia de un sistema catalizador capaz de incorporar al azar monómeros de etileno y/o alfa-olefina en las macromoléculas para formar el copolímero al azar, y una segunda etapa de, en presencia adicional del copolímero al azar que contiene catalizador activo, polimerizar una mezcla de etileno y propileno en una sola etapa o en varias etapas para formar el segundo copolímero de etileno-propileno.

20 La patente de EE.UU. No. 6.342.565 enseña composiciones de fibra elástica blandas que incluyen un copolímero de propileno cristalizante y un copolímero de propileno cristalino tal como el polipropileno isotáctico. Las fibras también pueden incluir un segundo copolímero de propileno cristalizante. El primer copolímero de propileno cristalizante se caracteriza por un punto de fusión de menos de un 105°C y un calor de fusión de menos de 45 J/g. El copolímero de propileno cristalino se puede caracterizar por un punto de fusión por encima de 110°C y un calor de fusión mayor de 60 J/g. Cuando se emplea un segundo copolímero de propileno cristalizante, puede diferir del primer copolímero de propileno cristalizante en el peso molecular y/o contenido de cristalinidad.

25 La Patente de EE.UU. No. 6.635.715 describe mezclas de un primer componente de homopolímero o copolímero de polipropileno isotáctico con un segundo componente de alfa-olefina y copolímero de propileno, en el que el primer componente de polipropileno isotáctico tiene un punto de fusión por encima de alrededor de 110°C, y el segundo copolímero tiene un punto de fusión entre alrededor de 25°C y 105°C. Las mezclas pueden tener de 2 a 95% en peso del primer componente y de 98 a 5% en peso del segundo componente de copolímero. En los ejemplos, el polipropileno usado es ESCORENE 4292 (ExxonMobil Chemical Co.), un homopolímero de polipropileno isotáctico que tiene un índice de fluidez nominal (MFR) de 2,0 g/10 min, y el segundo copolímero se ilustra por un Mw (peso molecular promedio en peso) de 248.900 a 318.900 y por una viscosidad Mooney (ML (1+4) a 125°C según la ASTM D1646) de 12,1 a 38,4. Las mezclas apuntan a propiedades mecánicas mejoradas de procesado, resistencia a la tracción, elongación, y tenacidad general incrementadas. El documento JP2001316484 describe un método de producción para composición termoplástica. El documento US 2005/0218551 describe un procedimiento para producir poliolefinas polares en estado fundido en un extrusor.

Sumario de la invención

30 Una o más realizaciones de la presente invención proporcionan un método para formar una mezcla de polímeros, comprendiendo el método: (i) cargar a un extrusor de reactivo un primer polímero y un segundo polímero para formar una mezcla inicial, en el que el primer polímero es un elastómero basado en propileno que incluye hasta 35% en peso de unidades derivadas de etileno y un calor de fusión, como se determina según procedimientos de DSC según la ASTM E-793, de menos de 80 J/g y una temperatura de fusión de menos de 110°C, en el que el segundo polímero es un polímero basado en propileno que tiene una temperatura de fusión por encima de 110°C y un calor de fusión de más de 80 J/g; (ii) después de dicha etapa de carga, cargar un peróxido a la mezcla inicial para formar con ello una mezcla reactiva; (iii) efectuar la mezcla reactiva a un caudal a través de una serie de cilindros dentro del extrusor; (iv) someter la mezcla reactiva, en uno o más cilindros, a una mezcla de alta cizalladura; (v) mantener la

temperatura de la mezcla reactiva a una temperatura suficiente para descomponer por lo menos el 50% del peróxido y por ello formar una mezcla reaccionada; (vi) restringir el caudal de la mezcla reaccionada a través de uno o más cilindros para incrementar el tiempo que la mezcla reactiva se somete a la mezcla de alta cizalladura; (vii) retirar compuestos de la mezcla reaccionada o la mezcla reactiva; (viii) introducir un antioxidante en la mezcla reaccionada; (ix) incrementar el caudal de la mezcla reaccionada a través de uno o más cilindros; (x) después de dicha etapa de incrementar el caudal, hacer pasar la mezcla reaccionada a través de uno o más tamices para retirar por ello contaminantes no deseados; y (xi) peletizar la mezcla reaccionada .

Todavía otras realizaciones de la presente invención proporcionan un método para formar una mezcla polimérica, comprendiendo el método: (i) cargar a un extrusor de reactivo un primer polímero y un segundo polímero para formar una mezcla, en el que el primer polímero es un elastómero basado en propileno que incluye hasta 35% en peso de unidades derivadas de etileno y un calor de fusión, determinado según procedimientos de DSC según la ASTM E-793, de menos de 80 J/g y una temperatura de fusión de menos de 110°C, en el que el segundo polímero es un polímero basado en propileno que tiene una temperatura de fusión por encima de 110°C y un calor de fusión de más de 80 J/g; (ii) después de dicha etapa de carga, cargar un peróxido a la mezcla para formar por ello una mezcla reactiva; (iii) efectuar la mezcla reactiva a un caudal a través de una serie de cilindros dentro del extrusor; (iv) someter la mezcla reactiva, en uno o más cilindros, a mezcla de alta cizalladura; (v) mantener la temperatura de la mezcla reactiva a una temperatura de por lo menos 165°C durante por lo menos 5 segundos y formar por ello una mezcla reaccionada; (vi) restringir el caudal de la mezcla reaccionada a través de uno o más cilindros para incrementar el tiempo que la mezcla reactiva se somete a mezcla de alta cizalladura; (vii) retirar compuestos de la mezcla reaccionada o la mezcla reactiva; (viii) introducir un antioxidante en la mezcla reaccionada; (ix) incrementar el caudal de la mezcla reaccionada a través de uno o más cilindros; (x) después de dicha etapa de incrementar el caudal, hacer pasar la mezcla reaccionada a través de uno o más tamices para retirar por ello los contaminantes no deseados; y (xi) peletizar la mezcla reaccionada.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es un diagrama de flujo que representa una serie de etapas del procedimiento según realizaciones de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

Elastómero basado en propileno

Las realizaciones de la presente invención emplean un elastómero basado en propileno, que para los propósitos de esta memoria descriptiva simplemente se puede denominar un elastómero. Los elastómeros basados en propileno, que también se pueden denominar copolímeros basados en propileno, incluyen unidades (es decir, unidades mer) derivadas de propileno, una o más unidades de comonomero derivadas de etileno o α -olefinas que incluyen de 4 a 20 átomos de carbono y, opcionalmente una o más unidades de comonomero derivadas de dienos. En una o más realizaciones, las unidades de comonomero de α -olefina se pueden derivar de etileno, 1-buteno, 1-hexeno, 4-metil-1-penteno y/o 1-octeno. En una o más realizaciones, las unidades de comonomero de dieno se pueden derivar de 5-etiliden-2-norborneno, 5-vinil-2-norborneno, divinilbenceno, 1,4-hexadieno, 5-metileno-2-norborneno, 1,6-octadieno, 5-metil-1,4-hexadieno, 3,7-dimetil-1,6-octadieno, 1,3-ciclopentadieno, 1,4-ciclohexadieno, dicitlopentadieno, o una de sus combinaciones. Las realizaciones descritas a continuación se discuten con referencia a etileno como comonomero de α -olefina, pero las realizaciones son igualmente aplicables a otros copolímeros basados en propileno con otros comonomeros de α -olefina.

En una o más realizaciones, los elastómeros basados en propileno pueden incluir por lo menos 7% en peso, en otras realizaciones por lo menos 8% en peso, en otras realizaciones por lo menos 9% en peso, y en otras realizaciones por lo menos 10% en peso de unidades derivadas de etileno; en estas u otras realizaciones, los copolímeros pueden incluir hasta 25% en peso, en otras realizaciones hasta 22% en peso, en otras realizaciones hasta 20% en peso, y en otras realizaciones hasta 18% en peso de unidades derivadas de etileno, en las que el porcentaje en peso se basa en el peso total de las unidades derivadas de propileno y derivadas de α -olefina. En estas u otras realizaciones, los elastómeros basados en propileno pueden incluir por lo menos 75% en peso, o en otras realizaciones por lo menos 78% en peso, de unidades derivadas de propileno; y en estas u otras realizaciones, los copolímeros pueden incluir hasta 80% en peso, en otras realizaciones hasta 82% en peso, en otras realizaciones hasta 93% en peso, y en otras realizaciones hasta el 90% en peso de unidades derivadas de propileno, en las que el porcentaje en peso se basa en el peso total de las unidades derivadas de propileno y derivadas de α -olefina. El elastómero basado en propileno puede tener unidades mer derivadas de dieno en una cantidad de 0,5% en peso a 5% en peso del polímero total.

El contenido de etileno se puede medir como sigue para un copolímero que tiene un contenido de etileno entre 5 y 40% en peso de etileno. Una película homogénea delgada se prensa según el sub-método A de la ASTM D-3900. Se monta a continuación en un espectrofotómetro de infrarrojos Perkin Elmer Spectrum 2000. Se registra un espectro total usando los siguientes parámetros: Resolución: 4,0 cm^{-1} , Rango espectral: de 4500 a 450 cm^{-1} . El contenido de etileno se determina tomando la relación del área de la banda de propileno a 1155 cm^{-1} al área de la banda de etileno a 722-732 cm^{-1} ($C_2/C_1 = AR$) y aplicándola a la siguiente ecuación: % en peso de etileno = 73,492 –

$89,298X + 15,637X^2$, en la que $X = AR / (AR + 1)$ y AR es la relación de área de picos ($1155 \text{ cm}^{-1} / 722-732 \text{ cm}^{-1}$).

El elastómero basado en propileno de una o más realizaciones se caracteriza por tener una amplia transición de fusión según se determina por calorimetría diferencial de barrido (DSC) con más de un punto máximo posible. El punto de fusión (T_m) discutido aquí se refiere a la temperatura más alta a la que aparece un máximo en la absorción de calor dentro del intervalo de fusión de la muestra.

En una o más realizaciones, la T_m del elastómero basado en propileno (como se determina por DSC) es de menos de 120°C , en otras realizaciones menos de 100°C , en otras realizaciones menos de 65°C , y en otras realizaciones menos de 60°C .

En una o más realizaciones, el elastómero basado en propileno puede estar caracterizado por un calor de fusión (H_f), como se determina por DSC. En una o más realizaciones, el elastómero basado en propileno se puede caracterizar por un H_f que es por lo menos $0,5 \text{ J/g}$, en otras realizaciones por lo menos $1,0 \text{ J/g}$, en otras realizaciones por lo menos $1,5 \text{ J/g}$, en otras realizaciones por lo menos $3,0$, en otras realizaciones por lo menos $4,0$, en otras realizaciones por lo menos $6,0$, y en otras realizaciones por lo menos $7,0$. En estas u otras realizaciones, el elastómero basado en propileno se puede caracterizar por un H_f de menos de 80 J/g , en otras realizaciones menos de 75 J/g , en otras realizaciones menos de 65 J/g , en otras realizaciones menos de 55 J/g , en otras realizaciones menos de 50 J/g , en otras realizaciones menos de 45 J/g , y en otras realizaciones de 30 a 50 J/g . La cristalinidad se puede determinar dividiendo el calor de fusión de una muestra entre el calor de fusión de un polímero cristalino 100% , que se supone que es 189 J/g para el polipropileno isotáctico.

Tal como se usan en esta memoria descriptiva, los procedimientos de DSC para la determinación de T_m y H_f incluyen los siguientes. El polímero se prensa a una temperatura de 200°C a 230°C en una prensa calentada, y la lámina de polímero resultante se cuelga, en condiciones ambientales, en el aire para enfriar. De 6 a 10 mg de la lámina de polímero se retiran con un troquel. Esta muestra de 6 a 10 mg se recuece a temperatura ambiente de 80 a 100 horas. Al final de este período, la muestra se coloca en un calorímetro diferencial de barrido (Perkin Elmer 7 Pyris One Thermal Analysis System) y se enfría a de -50°C a -70°C . La muestra se calienta a $10^\circ\text{C}/\text{min}$ para alcanzar una temperatura final de alrededor de 200°C . La muestra se mantiene a 200°C durante 5 minutos y se realiza un segundo ciclo de frío-calor. Se registran los resultados de ambos ciclos. La salida térmica se registra como el área bajo el pico de fusión de la muestra, que se produce típicamente entre 0°C y 200°C . Se mide en julios y es una medida del H_f del polímero. La T_m discutida aquí se refiere a la temperatura más alta a la que aparece un máximo en la absorción térmica dentro del intervalo de fusión de la muestra. Esta también podría ser típicamente la temperatura de la mayor absorción térmica dentro del intervalo de fusión de la muestra.

El elastómero basado en propileno puede tener una tacticidad de triada de tres unidades de propileno, tal como se mide por ^{13}C RMN, de 75% o mayor, 80% o mayor, 82% o mayor, 85% o más, o 90% o mayor. En una o más realizaciones, los intervalos de tacticidad de triada incluyen de 50 a 99% , en otras realizaciones de 60 a 99% , en otras realizaciones de 75 a 99% , en otras realizaciones de 80 a 99% , y en otras realizaciones de 60 a 97% . La tacticidad de triada se determina por los métodos descritos en la Patente de EE.UU. No. 7.232.871.

En una o más realizaciones, el elastómero basado en propileno tiene una estrecha distribución de composición (CD). Esta distribución de la composición intermolecular del copolímero se puede determinar por fraccionamiento térmico en un disolvente tal como hexano o heptano, de la siguiente manera. Aproximadamente 75% en peso y más preferentemente 85% en peso del polímero se aísla en forma de una o dos fracciones solubles adyacentes con el resto del copolímero en fracciones precedentes o subsiguientes. Para que el copolímero tenga una estrecha distribución de composición como se discutió anteriormente, cada una de las fracciones aisladas tendrán generalmente una composición (% en peso de contenido de etileno) con una diferencia no mayor que 20% en peso (relativo) o en otras realizaciones no mayor de 10% en peso (relativo) del % en peso medio de contenido de etileno de todo el segundo componente polimérico.

En general, los elastómeros basados en propileno se pueden sintetizar para tener un amplio intervalo de pesos moleculares y/o estar caracterizados por un amplio intervalo de MFR. Por ejemplo, los elastómeros basados en propileno pueden tener un MFR, medido según la ASTM D-1238, $2,16 \text{ kg}$ de peso a 230°C , de por lo menos $1,0 \text{ dg}/\text{min}$, en otras realizaciones por lo menos $0,5 \text{ dg}/\text{min}$, y en otras realizaciones por lo menos $1,5 \text{ dg}/\text{min}$. En estas u otras realizaciones, el MFR puede ser menos de $180 \text{ dg}/\text{min}$, y en otras realizaciones menos de $150 \text{ dg}/\text{min}$.

En una o más realizaciones, el elastómero basado en propileno puede tener un peso molecular promedio en peso (M_w) de 5 a $5.000 \text{ kg}/\text{mol}$, en otras realizaciones un M_w de 10 a $1.000 \text{ kg}/\text{mol}$, en otras realizaciones un M_w de 20 a $500 \text{ kg}/\text{mol}$ y en otras realizaciones un M_w de 50 a de $400 \text{ kg}/\text{mol}$.

En una o más realizaciones, el elastómero basado en propileno puede tener un peso molecular promedio en número (M_n) de $2,5$ a $2.500 \text{ kg}/\text{mol}$, en otras realizaciones un M_n de 5 a $500 \text{ kg}/\text{mol}$, en otras realizaciones un M_n de 10 a $250 \text{ kg}/\text{mol}$, y en otras realizaciones un M_n de 25 a $200 \text{ kg}/\text{mol}$.

En una o más realizaciones, el índice de distribución de peso molecular ($MWD = (M_w / M_n)$) del elastómero basado en propileno puede ser de 1 a de 40 , en otras realizaciones de 1 a 5 , en otras realizaciones de $1,8$ a 5 , y en otras realizaciones de $1,8$ a 3 .

Las técnicas para determinar el peso molecular (M_n , M_w) y la distribución del peso molecular (MWD) se pueden encontrar en la patente de EE.UU. No. 4.540.753 (Cozewith, Ju, y Verstrate) y las referencias citadas en la misma y en *Macromolecules*, 1988, volumen 21, p 3360 (Verstrate et al.) y las referencias citadas en la misma. Por ejemplo, el peso molecular se puede determinar por cromatografía de exclusión de tamaño (SEC) usando un cromatógrafo de permeación en gel Waters 150 equipado con el detector de índice de refracción diferencial y calibrado usando estándares de poliestireno.

Los elastómeros basados en propileno empleados en la presente invención se pueden preparar mediante el empleo de técnicas sintéticas conocidas en la técnica para preparar elastómeros basados en propileno que tienen las características anteriores. Se puede hacer referencia a las Patentes de EE.UU. Nos. 6.525.157, 6.982.310, 6.992.158, 6.992.159, y 6.992.160. Los elastómeros basados en propileno están disponibles comercialmente, por ejemplo, con el nombre comercial VISTAMAXX (ExxonMobil Chemical Co.)

Polímero termoplástico basado en propileno

Las realizaciones de la presente invención emplean una resina termoplástica basada en propileno, que para los propósitos de esta memoria descriptiva simplemente se puede denominar resina o resina termoplástica. Las resinas termoplásticas basadas en propileno, que también se pueden denominar polímeros termoplásticos basados en propileno, incluyen aquellos polímeros que comprenden principalmente unidades que se derivan de la polimerización de propileno. En ciertas realizaciones, por lo menos el 98% de las unidades del polímero termoplástico basado en propileno se derivan de la polimerización de propileno. En realizaciones particulares, estos polímeros incluyen homopolímeros de propileno.

En ciertas realizaciones, los polímeros termoplásticos basados en propileno pueden incluir también unidades que se derivan de la polimerización de etileno y/o α -olefinas tales como 1-buteno, 1-hexeno, 1-octeno, 2-metil-1-propeno, 3-metil-1-penteno, 4-metil-1-penteno, 5-metil-1-hexeno y sus mezclas. Se incluyen específicamente los copolímeros de reactor, impacto, y al azar de propileno con etileno o las α -olefinas superiores, descritas anteriormente, o con diolefinas de C_{10} - C_{20} .

En una o más realizaciones, los polímeros termoplásticos basados en propileno pueden tener una T_m que es mayor que 120°C , en otras realizaciones mayor de 155°C , y en otras realizaciones mayor de 160°C . En estas u otras realizaciones, los polímeros termoplásticos basados en propileno puede tener una T_m que es menor de 180°C , en otras realizaciones menor de 170°C , y en otras realizaciones menor de 165°C .

En una o más realizaciones, los polímeros termoplásticos basados en propileno pueden estar caracterizados por un H_f que es igual o mayor de 80 J/g , en otras realizaciones mayor de 100 J/g , en otras realizaciones mayor de 125 J/g , y en otras realizaciones mayor de 140 J/g tal como se mide por DSC.

En una o más realizaciones, los polímeros termoplásticos basados en propileno pueden incluir polímeros cristalinos y semicristalinos. En una o más realizaciones, estos polímeros pueden estar caracterizados por una cristalinidad de por lo menos 40% en peso, en otras realizaciones por lo menos 55% en peso, en otras realizaciones por lo menos 65%, y en otras realizaciones por lo menos 70% en peso como se determina por DSC. La cristalinidad se puede determinar dividiendo el calor de fusión de una muestra entre el calor de fusión de un polímero cristalino 100%, que se supone que es 189 J/g para el polipropileno isotáctico.

En general, se pueden sintetizar polímeros termoplásticos basados en propileno que tienen un amplio intervalo de peso molecular y/o están caracterizados por un amplio intervalo de MFR. Por ejemplo, los polímeros termoplásticos basados en propileno pueden tener un MFR de por lo menos 2 dg/min , en otras realizaciones por lo menos 4 dg/min , en otras realizaciones por lo menos 6 dg/min , y en otras realizaciones por lo menos, en las que el MFR se mide según la ASTM D-1238, $2,16 \text{ kg}$ a 230°C . En estas u otras realizaciones, el polímero termoplástico basado en propileno puede tener un MFR de menos de 2.000 dg/min , en otras realizaciones menos de 400 dg/min , en otras realizaciones menos de 250 dg/min , en otras realizaciones menos de 100 dg/min , y en otras realizaciones menos de 50 dg/min , en las que el MFR se mide según la ASTM D-1238, $2,16 \text{ kg}$ a 230°C .

En una o más realizaciones, los polímeros termoplásticos basados en propileno pueden estar caracterizados por un M_w de 50 a 2.000 kg/mol , y en otras realizaciones de 100 a 600 kg/mol . También se pueden caracterizar por un M_n de 25 a 1.000 kg/mol , y en otras realizaciones de 50 a 300 kg/mol , medido por GPC con estándares de poliestireno.

Los polímeros termoplásticos basados en propileno se pueden sintetizar usando una técnica de polimerización apropiada conocida en la técnica tal como suspensión, fase gaseosa o disolución pero no está limitada a, el uso de sistemas catalizadores tales como catalizadores Ziegler-Natta u organometálicos de un solo sitio convencionales como metalocenos o cualquier compuesto organometálico capaz de polimerizar olefinas.

En una realización, los polímeros termoplásticos basados en propileno incluyen polipropileno altamente cristalino, tal como polipropileno isotáctico. Este polipropileno puede tener una densidad de $0,85$ a $0,91 \text{ g/cm}^3$, teniendo el polipropileno en gran parte isotáctico una densidad de $0,90$ a de $0,91 \text{ g/cm}^3$.

Peróxido

Las realizaciones de la presente invención emplean un peróxido. En una o más realizaciones, los peróxidos útiles incluyen los que se pueden romper (es decir, dimensionar o cortar) las cadenas poliméricas y alterar la distribución de peso molecular. Se pueden usar varios peróxidos conocidos en la técnica que incluyen, pero no están limitados a, peróxidos de dialquilo. Los ejemplos incluyen 2,5-dimetil-2,5-di-(t-butilperoxil)hexano y peróxido de dicumilo. Los peróxidos útiles están disponibles con el nombre LUPEROX 101 (Arkema).

Otros ingredientes

Las mezclas de esta invención también pueden comprender otros ingredientes. Por ejemplo las mezclas de esta invención pueden comprender agentes de nucleación, que pueden estar presentes en de 50 a 4000 ppm basado en el polímero total en la composición de la mezcla. Los agentes de nucleación incluyen, por ejemplo, benzoato de sodio y talco. Además, se pueden emplear también otros agentes de nucleación tales como producto de olefina de Ziegler-Natta u otro polímero altamente cristalino. Los agentes de nucleación incluyen HYPERFORM tales como HPN-68 y aditivos de Millad (por ejemplo, Millad 3988) (Milliken Chemicals, Spartanburg, SC) y organofosfatos como NA-11 y NA-21 (Amfine Chemicals, Allendale, NJ).

Adicionalmente, se pueden incorporar varios aditivos en las realizaciones descritas anteriormente usados para preparar las mezclas, fibras y telas para varios propósitos. Otros aditivos incluyen, por ejemplo, estabilizantes, antioxidantes, cargas y ayudas de deslizamiento. Los antioxidantes primarios y secundarios incluyen, por ejemplo, fenoles impedidos, aminas impedidas, y fosfitos. Otros aditivos tales como agentes dispersantes, por ejemplo, Acrowax C, se pueden incluir también. También se pueden usar desactivadores de catalizadores que incluyen, por ejemplo, estearato de calcio, hidrotalcita y óxido de calcio, y/u otros neutralizantes de ácido conocidos en la técnica.

En una o más realizaciones, las ayudas de deslizamiento útiles incluyen aquellos compuestos o moléculas que son incompatibles con la matriz polimérica de las fibras (es decir, los elastómeros basados en propileno y/o las resinas termoplásticas basadas en propileno y/o modificadores del tacto) y por lo tanto migran a la superficie de la fibra. En estas u otras realizaciones, las ayudas de deslizamiento útiles están caracterizadas por el relativamente bajo peso molecular, lo que puede facilitar la migración a la superficie. Los tipos de ayudas de deslizamiento incluyen amidas de ácido graso como se describe en Handbook of Antiblocking, Release and Slip Additives, George Wypych, página 23. Los ejemplos de amidas de ácido graso incluyen behenamida, erucamida, N-(2-hdriethyl) erucamide, lauramida, N,N'-etileno-bis-oleamida, N,N'-etilenbisestearmida, oleamida, oleilpalmitamida, estearilerucamida, amida de sebo, y sus mezclas.

Otros aditivos incluyen, por ejemplo, retardantes del fuego/llama, plastificantes, agentes de vulcanización o curativos, aceleradores de vulcanización o curativos, retardantes de curado, ayudas de proceso, y similares. Los aditivos anteriormente mencionados también pueden incluir cargas y/o materiales de refuerzo, ya sea añadidos independientemente o incorporados en un aditivo. Los ejemplos incluyen negro de carbono, arcilla, talco, carbonato de calcio, mica, sílice, silicato, sus combinaciones, y similares. Otros aditivos que se pueden emplear para mejorar las propiedades incluyen agentes antibloqueo o lubricantes.

En otras realizaciones más, isoparafinas, polialfaolefinas, polibutenos, o una mezcla de dos o más de los mismos también se pueden añadir a las composiciones de la invención. Las polialfaolefinas pueden incluir las descritas en el documento WO 2004/014998. Estas polialfaolefinas se pueden añadir en cantidades tales como de 0,5 a 40% en peso, en otras realizaciones de 1 a 20% en peso, y en otras realizaciones de 2 a 10% en peso. En realizaciones particulares, se pueden usar aceites parafínicos altamente purificados. Estos aceites parafínicos altamente purificados pueden incluir más de 70%, y en otras realizaciones más de 80% de contenido de parafina. Los aceites parafínicos útiles se describen en las Publicaciones de EE.UU. Nos. 2006/0008643, 2006/0247332, 2006/0247331, y 2006/135699. En una o más realizaciones, los aceites parafínicos se pueden usar ventajosamente como un vehículo o un medio de suspensión para suministrar uno o más ingredientes al extrusor. Por ejemplo, los aceites parafínicos se pueden emplear para llevar el peróxido al extrusor.

Formación de mezcla

Las realizaciones de la presente invención se refieren a métodos para preparar mezclas poliméricas. Estos métodos única e inesperadamente producen pellets de la mezcla polimérica que tienen propiedades tecnológicamente útiles que incluyen flujo en fundido, propiedades mecánicas y dinámicas, y características de manejo ventajosas.

Una o más realizaciones de la presente invención se pueden describir con referencia a la Fig. 1. Se muestra un procedimiento 10 de mezcla en el que se introduce un elastómero basado en propileno con una resina termoplástica basada en propileno en la localización 12 de un cilindro dentro de un extrusor de reacción (la totalidad del cual no se muestra) para formar una mezcla inicial. El elastómero y la resina se pueden añadir vía una garganta de alimentación usando precisos alimentadores de dosificación tales como alimentador de tornillo de pérdida de peso o volumétrico o un alimentador de cinta. El elastómero y la resina se pueden añadir separadamente en la misma localización o en diferentes localizaciones a lo largo del extrusor. Cuando se añade en localizaciones separadas, los constituyentes se pueden pre-masticar o plastificar usando un extrusor secundario.

Los expertos en la técnica también apreciarán que la introducción del elastómero y la resina también puede ocurrir fuera del extrusor en un mezclador tal como un mezclador de cinta o un mezclador de tambor, y la mezcla se puede cargar al extrusor sin apartarse de la invención. El procedimiento también se puede llevar a cabo en extrusiones de múltiples etapas - por ejemplo, mezclas maestras de uno o más de los polímeros se pueden preparar en la primera etapa, seguido de extrusión reactiva en una etapa subsecuente. Las mezclas maestras incluyen dispersiones de uno o más de los ingredientes poliméricos, peróxidos, antioxidantes, estabilizantes de UV y otros estabilizantes, y plastificantes. Las mezclas maestras pueden ser "mezclas secas", por lo que se entiende, una simple mezcla física que no ha sido "totalmente humedecida" o dispersa a nivel molecular. Por ejemplo, se obtiene una "mezcla seca" cuando dos ingredientes simplemente giran juntos en un molino giratorio o en un mezclador de cinta. Se obtiene una "dispersión", cuando los ingredientes se trabajan mecánicamente y/o se calientan de tal modo que uno o más de los ingredientes se funde y reviste el otro ingrediente y/o se dispersa en los otros ingredientes.

La cantidad de elastómero basado en propileno introducido con resina termoplástica basada en propileno puede variar dependiendo de las propiedades que se desean finalmente. En una o más realizaciones, la mezcla incluye por lo menos 50 partes en peso, en otras realizaciones por lo menos 60 partes en peso, en otras realizaciones por lo menos 70 partes en peso y en otras realizaciones por lo menos 80 partes en peso del elastómero basado en propileno basado en el peso total de elastómero basado en propileno y resina termoplástica basada en propileno. En estas u otras realizaciones, la mezcla incluye menos de 98 partes en peso, en otras realizaciones menos de 95 partes en peso, y en otras realizaciones menos de 90 partes en peso del elastómero basado en propileno basado en el peso total de elastómero basado en propileno y resina termoplástica basada en propileno.

En una o más realizaciones, la mezcla incluye por lo menos 2 partes en peso, en otras realizaciones por lo menos 5 partes en peso, en otras realizaciones por lo menos 10 partes en peso, y en otras realizaciones por lo menos 12 partes en peso de la resina termoplástica basada en propileno basado en el peso total de elastómero basado en propileno y resina termoplástica basada en propileno. En estas u otras realizaciones, la mezcla incluye menos de 50 partes en peso, en otras realizaciones menos de 30 partes en peso, y en otras realizaciones menos de 20 partes en peso de la resina termoplástica basada en propileno basado en el peso total de elastómero basado en propileno y la resina termoplástica basada en propileno.

En una o más realizaciones, el extrusor de reacción incluye los extrusores que pueden realizar la extrusión reactiva. Estos extrusores incluyen los extrusores de mezcla continua conocidos en la técnica tales como extrusores de un solo tornillo, extrusores de dos tornillos entrelazados co-rotantes, así como otros extrusores de múltiples tornillos. Estos extrusores de reacción generalmente incluyen una serie de cilindros que cuando están conectados forman una vía de paso o conducto a través del cual se puede conducir polímero. La vía de paso puede incluir dos o más tornillos que están adaptados con una pluralidad de elementos que afectan a la progresión del polímero a través de cada cilindro. Por ejemplo, los elementos pueden principalmente transportar material a través de los cilindros, pueden servir para mezclar y masticar el material dentro del cilindro, y/o pueden servir principalmente para restringir el flujo o inducir la retromezcla dentro de uno o más cilindros. Una vez armados con una deseada secuencia de mezcla y estrategia, los expertos en la técnica serán capaces de adaptar fácilmente los diversos elementos de los distintos tornillos para lograr la deseada secuencia o estrategia descrita aquí.

Con referencia de nuevo a la Fig. 1, la mezcla inicial se transporta a continuación a una localización 14 del cilindro, en la que se introduce un peróxido en la mezcla inicial para formar por ello una mezcla reactiva. El peróxido se puede añadir en forma de un líquido o un polvo usando alimentadores separados. Alternativamente, el peróxido se puede premezclar con el elastómero basado en propileno y/o la resina termoplástica basada en propileno, o con otros ingredientes usados en el procedimiento, y a continuación se carga en el extrusor.

La mezcla reactiva se transporta a continuación a una zona 16 de mezcla de alta cizalladura, en la que el reactivo se somete a una intensa mezcla y masticación. Esta zona puede incluir uno o más cilindros en los que los ejes o tornillos de rotación de los extrusores están equipados con elementos de amasado de alta cizalladura, así como elementos opcionales inversos y de retromezcla que aumentan el tiempo de residencia de la mezcla reactiva dentro de zona 16 de mezcla de alta cizalladura. La combinación de la velocidad del eje y la mezcla de alta cizalladura de los elementos de amasado eleva la temperatura de la mezcla reactiva. En una o más realizaciones, la temperatura de la mezcla también se puede incrementar por el uso de fuentes de calentamiento externas.

Se cree que el peróxido se descompone al calentarlo y genera radicales libres que reaccionan con el elastómero basado en propileno y/o la resina termoplástica basada en propileno. También se cree que los peróxidos afectan al elastómero basado en propileno y a la resina termoplástica basada en propileno en diferentes grados y por diferentes mecanismos. Es decir, se cree que el peróxido, en las condiciones apropiadas, sirve principalmente para cortar o romper la resina termoplástica basada en propileno (un proceso conocido como viscoreducción) y por ello reducir el peso molecular. Se cree que el peróxido afecta también a los segmentos de metileno del elastómero basado en propileno para ramificar o reticular las cadenas y por ello incrementar el peso molecular mientras se reduce el índice de fluidez. Además, se cree que los extremos de cadena de radical libre del elastómero basado en propileno y la resina termoplástica basada en propileno se pueden injertar o reaccionan entre sí y mezclar los segmentos de cadena, lo que da como resultado constituyentes con segmentos de bloques de cada ingrediente polimérico respectivo (es decir, un bloque del elastómero basado en propileno y un bloque de la resina termoplástica basada en propileno).

Inesperadamente, se ha descubierto que manteniendo una temperatura más alta y suficiente tiempo de residencia a esta temperatura más alta y/o mezcla de alta cizalladura, da como resultado productos ventajosos. Este descubrimiento inesperado puede provenir de una diferencia en el modo en el que el peróxido interactúa o reacciona con el elastómero basado en propileno y la resina termoplástica basada en propileno. Es decir, el peróxido puede reaccionar con la resina termoplástica basada en propileno más rápidamente, con menor cizalladura, y a más bajas temperaturas que la reacción con el elastómero basado en propileno, y por lo tanto las ventajas asociadas a la reacción con el elastómero basado en propileno se pueden sólo conseguir con una mezcla de más alta cizalladura, temperatura más alta, y/o tiempo de residencia más largo. De este modo, aunque la práctica convencional puede haber tratado de extraer calor de la mezcla vía medios tales como la refrigeración por agua y/o el uso de perfiles de mezcla menos agresivos, la práctica de la presente invención incluye el mantenimiento de condiciones dentro de la zona 16 de mezcla de alta cizalladura para conseguir suficiente descomposición de peróxido para lograr las deseadas propiedades del material.

En una o más realizaciones, la temperatura de la mezcla reactiva se mantiene dentro de la zona 16 de mezcla de alta cizalladura a una temperatura de por lo menos 195°C, en otras realizaciones por lo menos 205°C, en otras realizaciones por lo menos 215°C, y en otras realizaciones por lo menos 220°C. En estas u otras realizaciones, la temperatura se mantiene por debajo de la temperatura de descomposición de los polímeros o la temperatura a la que se producirá una cantidad perjudicial de gel. En una o más realizaciones, la temperatura de la mezcla se mantiene por debajo de 300°C, en otras realizaciones por debajo de 270°C, y en otras realizaciones por debajo de 250°C.

En una o más realizaciones, el tiempo de residencia que la mezcla reactiva se mantiene a las temperaturas elevadas especificadas puede ser por lo menos 5 segundos, en otras realizaciones por lo menos 10 segundos, en otras realizaciones por lo menos 15 segundos, en otras realizaciones por lo menos 20 segundos, en otras realizaciones por lo menos 25 segundos, en otras realizaciones por lo menos 30 segundos, y en otras realizaciones por lo menos 35 segundos. En estas u otras realizaciones, el tiempo de residencia que la mezcla reactiva se mantiene a las temperaturas elevadas especificadas puede ser menos de 90 segundos, en otras realizaciones menos de 80 segundos, en otras realizaciones menos de 70 segundos, en otras realizaciones menos de 60 segundos, y en otra realización menos de 50 segundos.

En vista de lo anterior, los expertos en la técnica también apreciarán que la cantidad de peróxido empleada es otra variable que puede ser manipulada para conseguir la reacción deseada. En otras palabras, la reacción buscada entre los polímeros dentro de la mezcla y el peróxido puede depender de la temperatura, del tiempo de residencia, y de la concentración del peróxido presente. En una o más realizaciones, la cantidad de peróxido introducido con la mezcla puede ser por lo menos 500 ppm (peso), en otras realizaciones por lo menos 1.000 ppm, en otras realizaciones por lo menos 1.500 ppm, en otras realizaciones por lo menos 2.000 ppm, en otras realizaciones por lo menos 2.500 ppm, en otras realizaciones por lo menos 3.000 ppm, en otras realizaciones por lo menos 3.500 ppm, en otras realizaciones por lo menos 4.000 ppm, en otras realizaciones por lo menos 4.500 ppm, y en otras realizaciones por lo menos 5.000 ppm de peróxido basado en el peso del elastómero basado en propileno y la resina termoplástica basada en propileno combinados. En estas u otras realizaciones, la cantidad de peróxido introducido con la mezcla puede ser menos de 10.000 ppm, en otras realizaciones menos de 8.000 ppm, en otras realizaciones menos de 6.000 ppm de peróxido, en otras realizaciones menos de 5.000 ppm, en otras realizaciones menos de 4.000 ppm, y en otras realizaciones menos de 3.000 ppm basado en las partes totales en peso del elastómero basado en propileno y la resina termoplástica basada en propileno.

En otras realizaciones, las condiciones dentro de la zona 16 de mezcla de alta cizalladura se pueden describir con referencia a la descomposición del peróxido introducido en la mezcla. En una o más realizaciones, las condiciones dentro de la zona 16 de mezcla de alta cizalladura, incluyendo la temperatura y tiempo de residencia, se controlan para conseguir por lo menos 50%, en otras realizaciones por lo menos 60%, en otras realizaciones por lo menos 70%, en otras realizaciones por lo menos 80%, en otras realizaciones por lo menos 90%, en otras realizaciones por lo menos 95%, y en otras realizaciones por lo menos 99% de descomposición (es decir, de conversión) del peróxido que se introduce en la mezcla. Esta conversión puede ocurrir totalmente dentro de la zona 16 de mezcla de alta cizalladura o las condiciones dentro de la zona 16 de mezcla de alta cizalladura se pueden controlar para permitir la deseada conversión en zonas o cilindros aguas abajo.

Como se muestra en la Fig. 1, los compuestos volátiles presentes dentro de la zona 16 de mezcla de alta cizalladura se pueden retirar opcionalmente de la zona 16 de mezcla de alta cizalladura a través de una salida 18, que puede incluir una sección de venteo dentro del extrusor. Se puede usar una bomba de vacío (no mostrada específicamente) para mejorar la desvolatilización y la retirada de sustancias volátiles.

Además de la salida 18 o en lugar de salida 18, los compuestos volátiles opcionalmente se pueden retirar de una zona 20 de transporte, que se describirá aquí a continuación, vía una salida 22. La salida 22, como la salida 8, puede incluir una sección de venteo dentro del extrusor y una bomba de vacío para mejorar la desvolatilización y la retirada de sustancias volátiles.

Se cree que la descomposición de radicales libres del peróxido puede producir gases volátiles tales como metano e hidrógeno, así como compuestos que tienen oxígeno tales como, pero no limitados a, acetona, alcoholes tales como

alcoholes t-butílicos, y aldehídos tales como formaldehído. La humedad presente en las alimentaciones de materia prima también puede generar vapor de agua. Estos vapores y gases, que incluyen aire o nitrógeno atrapado que entra en el extrusor junto con las alimentaciones de materia prima se pueden retirar en forma de compuestos volátiles. Se ha descubierto inesperadamente que la retirada de estos compuestos volátiles tiene un impacto positivo en la subsecuente etapa de peletización, que se describirá aquí a continuación.

Con referencia de nuevo a la Fig. 1, la mezcla reactiva se transporta lejos de la zona 16 de mezcla de alta cizalladura vía la zona 20 de transporte, donde la mezcla reactiva puede completar su conversión de una mezcla reactiva a una mezcla reaccionada. Además, la mezcla reaccionada se puede dejar enfriar dentro de la zona 20 de transporte. Los expertos en la técnica apreciarán que la temperatura de la mezcla reaccionada se debe mantener a temperaturas suficientes para mantener un flujo adecuado de la mezcla, pero la temperatura no necesita, y deseablemente no se mantiene a las altas temperaturas mantenidas aguas arriba donde se buscaba la descomposición del peróxido y la reacción.

En una o más realizaciones, se puede introducir un antioxidante con la mezcla reaccionada. Por ejemplo, como se muestra en la Fig. 1, un antioxidante se puede añadir vía un alimentador 24 a medida que la mezcla reaccionada se transporta lejos de la zona 16 de mezcla de alta cizalladura. En una o más realizaciones, uno o más antioxidantes se introducen junto con un material vehículo tal como un plastificante, un aceite diluyente, u otro material de bajo peso molecular. En una o más realizaciones, el antioxidante junto con el material de baja viscosidad se puede inyectar en el cilindro del extrusor en forma de una suspensión.

En una o más realizaciones, el antioxidante es un fenol alquilado tal como 2,6-di-terc-butilfenol (2,6-DTBP), un hidroxiltolueno butilado tal como 2,6-bis(1,1-dimetiletil)-4-metilfenol), y/o un fosfito tal como tris(2,4-di-(terc)butilfenil)fosfito. Los compuestos de bajo peso molecular que se pueden introducir con el antioxidante incluyen aceites parafínicos tales como los aceites parafínicos altamente purificados y descritos anteriormente. Un ejemplo de un aceite útil es el disponible con el nombre comercial SPECTRASYN (ExxonMobil Chemical Co.).

En una o más realizaciones, después de la introducción opcional del antioxidante u otros materiales opcionales, que se pueden introducir en la mezcla dentro del extrusor, la mezcla reaccionada puede entrar en una zona 26 de incremento de la presión, que sirve para incrementar la fuerza y/o el caudal de la mezcla reaccionada y facilitar por ello la transferencia de la mezcla reaccionada a través de una placa de boquillas (no mostrada). La zona 26 de incremento de presión puede incluir segmentos de tornillo del extrusor que están diseñados para generar una presión adecuada o incrementada. En otras realizaciones, la zona 26 de incremento de la presión puede incluir una bomba rotatoria. El uso de una bomba rotatoria ventajosamente ayuda a minimizar alteraciones en el proceso y aislar el extrusor de los cambios de presión asociados al tratamiento aguas abajo, tal como tamizado, que se describirán a continuación. De este modo, se debe apreciar que la zona 26 de incremento de la presión puede estar situada dentro de uno o más cilindros del extrusor o puede ser externa al extrusor.

La zona 26 de incremento de la presión también puede servir para facilitar el paso de la mezcla reaccionada a través de uno o más tamices 28, que se pueden usar para retirar contaminantes, tales como virutas de metal, geles poliméricos, y/o pelets no fundidos de materia prima. Esta etapa de tamizado puede tener lugar dentro del extrusor o después o a la salida de la mezcla reaccionada del extrusor. En realizaciones particulares, los tamices se instalan entre la salida del extrusor y una placa de boquillas.

En una o más realizaciones, la mezcla se peletiza o granula en un peletizador 30. En una o más realizaciones, el producto reaccionado, tal como un producto extruido caliente, se hace pasar a través de una placa de boquillas especialmente construida que da forma al producto en forma de una cinta que se estira usando un tambor giratorio. El tambor está refrigerado por agua y/o está colocado en una bandeja de agua para enfriar el producto extruido caliente. La cinta a continuación se corta o muele en forma de pequeñas virutas que pueden variar en tamaño de 0,5 mm a 20 mm. La anchura del orificio de la boquilla determina el grosor de los pelets.

En otras realizaciones, se emplea una placa de boquillas con múltiples orificios, que puede variar en anchura de 0,5 mm a 20 mm. La mezcla reaccionada, que está generalmente en forma de hilos o cuerdas, se corta en pequeños pelets que son típicamente de forma cilíndrica. La longitud de los pelets se puede alterar manipulando la velocidad de las palas en la cuchilla o cambiando la distancia entre las palas.

En una o más realizaciones, se emplea un peletizador sumergido en agua. La mezcla reaccionada, en forma de un material extruido fundido, se fuerza a través de una placa de boquillas que contiene uno o más orificios de boquilla. La placa de boquillas se puede calentar y/o enfriar para ajustar la viscosidad de la mezcla para que sea más apropiada para la peletización. Se pueden usar calentadores eléctricos para controlar la temperatura de la boquilla. Alternativamente, se puede usar aceite templado, agua, vapor de agua y/u otros aceites de transferencia de calor para regular la temperatura de la boquilla. El producto extruido que sale de los orificios de la boquilla se puede enfriar usando una corriente de agua que fluye rápidamente en la cámara de agua del peletizador sumergido en agua. En realizaciones particulares, se usa un desviador para mejorar el flujo de agua en la placa de boquilla y mejorar la peletización. En estas u otras realizaciones, el número de palas en el eje del peletizador se varía para obtener el deseado tamaño de pelet. En estas u otras realizaciones, se ajusta la velocidad de rotación de las cuchillas del peletizador para obtener los pelets deseados.

En realizaciones particulares, el agua se trata con (o incluye) un agente anti-bloque o dispersante. Estos agentes ayudan a evitar que los pelets se aglomeren. En realizaciones particulares, se dispersa polvo de estearato de calcio en el agua del peletizador para minimizar la aglomeración.

5 En otras realizaciones, el agua en la que se peletiza el material extruido se enfría usando una fuente de refrigeración. En una o más realizaciones, la temperatura del agua se enfría a temperaturas por debajo de 50°C, en otras realizaciones por debajo de 40°C, en otras realizaciones por debajo de 30°C, en otras realizaciones por debajo de 20°C, y en otras realizaciones por debajo de 10°C.

10 Los pellets se pueden transportar a continuación en una corriente de agua a una centrifugadora secadora, tamiz agitado, transportador vibratorio, secador de lecho fluidizado, u otro aparato de secado en el que el agua se puede separar por tamizado usando fuerzas centrífugas o gravitacionales. Los pelets se pueden tamizar a continuación para retirar los pelets sobredimensionados y los finos. Se puede usar un secador de lecho fluidizado para mejorar adicionalmente el secado de los pelets. Los pelets del intervalo de tamaño deseado a continuación se pueden transportar neumáticamente a recipientes y silos de almacenamiento, que se pueden diseñar para proporcionar un apropiado tiempo de residencia y/o mezcla para proporcionar un tamaño uniforme para el envasado. El producto a 15 continuación se puede envasar en supersacos o cajas de cartón. Alternativamente, el producto se puede cargar en vagones de ferrocarril, bolsas, o recipientes grandes para el transporte. O, el producto se puede envasar en bolsas usando máquinas de envasado manuales o automáticas o equipo de envasado de "formación, llenado y sellado".

Características del producto

20 En una realización más, la mezcla polimérica resultante del procedimiento de esta invención se caracteriza por una o más ventajosas propiedades. En una o más realizaciones, la mezcla se caracteriza por un índice de fluidez, como se determina por la ASTM D-1238, 2,16 kg de peso a 230°C, de por lo menos 60 dg/min, en otras realizaciones por lo menos 80 dg/min, en otras realizaciones por lo menos 100 dg/min, en otras realizaciones por lo menos 150 dg/min, en otras realizaciones por lo menos 170 dg/min, y en otras realizaciones por lo menos 190 dg/min. En estas u otras 25 realizaciones, el índice de fluidez de la mezcla puede ser menos que 800 dg/min, en otras realizaciones menos de 500, en otras realizaciones menos de 400, en otras realizaciones menos de 300, en otras realizaciones menos de 250 dg/min, en otras realizaciones menos de 230 dg/min, y en otras realizaciones menos de 210 dg/min.

Aplicabilidad Industrial

30 La mezcla polimérica resultante del procedimiento de esta invención se puede emplear para preparar telas no tejidas. La formación de telas no tejidas a partir de las composiciones precedentes puede incluir la fabricación de fibras por extrusión seguido de tejido o unión. El procedimiento de extrusión puede estar acompañado de estiramiento mecánico o aerodinámico de las fibras. La fibra y telas de la presente invención se pueden fabricar por cualquier técnica y/o equipo conocido en la técnica, muchos de los cuales son bien conocidos. Por ejemplo, se pueden producir telas no tejidas termosoldadas unidas por líneas de producción de no tejido termosoldado producidas por Reifenhauer GmbH & Co., de Troisdorf, Alemania. El sistema Reifenhauer utiliza una técnica de 35 estirado por rendija tal como se revela en la Patente de EE.UU. No. 4.820.142.

En una o más realizaciones, se pueden producir fibras por medio de técnicas de filamento continuo, filamento continuo voluminoso, o de formación de fibras discontinuas. Por ejemplo, la masa fundida polimérica se puede extruir a través de los orificios en la boquilla (hilera), que pueden ser, por ejemplo, entre 0,3 mm y 0,8 mm de diámetro. Se puede conseguir baja viscosidad de la masa fundida del polímero mediante el uso de alta temperatura de fusión (por ejemplo, de 230°C a 280°C) y altos índices de fluidez (por ejemplo, de 15 g/10 min a 40 g/10 min) de 40 los polímeros usados. Un extrusor relativamente grande puede estar equipado con un distribuidor para distribuir una alta salida de polímero fundido a un banco de ocho a veinte hileras. Cada cabeza de hilado puede estar equipada con una bomba rotatoria separada para regular la salida a través de esa cabeza de hilado; un paquete de filtro, soportado por una "placa rompedora;" y la placa de la hilera dentro de la cabeza. El número de orificios en la placa 45 de la hilera determina el número de filamentos en un hilo y varía considerablemente con las diferentes construcciones de hilo, pero está típicamente en el intervalo de 50 a 250. Los orificios se pueden agrupar patrones redondos, anulares, o rectangulares para ayudar a la buena distribución del flujo de aire de enfriamiento.

Filamento continuo

50 Los hilos de filamento continuo pueden variar de 40 denier hasta 2.000 denier (denier = número de gramos/9000 yd). Los filamentos pueden variar de 1 a 20 denier por filamento (dpf), aunque se contemplan intervalos más grandes. Las velocidades de hilado pueden incluir de 800 m/min a 1.500 m/min (de 2.500 pies/min a 5.000 pies/min). Un método ejemplar procedería de la siguiente manera. Los filamentos se estiran con relaciones de estirado de 3:1 o más (estirado de una o dos etapas) y se enrollan en una bobina. El estirado de dos etapas permite conseguir mayores relaciones de estirado. Las velocidades de bobinado son de 2.000 m/min a 3.500 m/min (6.600 pies/min a 11.500 pies/min). Las velocidades de hilado de más de 900 m/min (3000 pies/min) pueden requerir una distribución 55 de peso molecular estrecha para conseguir la mejor hilabilidad con los filamentos más finos. Las resinas con un MFR mínimo de 5 y una estrecha distribución de peso molecular, con un índice de polidispersidad (PI) por debajo de 2,8, por ejemplo. En procedimientos de hilado más lentos, o en filamentos de denier más pesado, puede ser más

apropiado un producto de grado de reactor de MFR 16.

Hilo parcialmente orientado (POY)

5 El hilo parcialmente orientado (POY) es la fibra producida directamente del hilado de fibra sin el estirado en estado sólido (como filamento continuo anteriormente mencionado). La orientación de las moléculas en la fibra se realiza sólo en el estado fundido justo después de que el polímero fundido sale de la hilera. Una vez que se solidifica la fibra, no tiene lugar estirado de la fibra y la fibra se enrolla en un envase. El hilo POY (en oposición al hilo totalmente orientado, o FOY, que ha pasado por una orientación en estado sólido y tiene una más alta resistencia a la tracción y menor elongación) tiende a tener una más alta elongación y más baja tenacidad.

Filamento continuo texturado

10 Los procedimientos de fabricación de filamento continuo texturado encajan en dos tipos básicos, de una sola etapa y de dos etapas. Por ejemplo, en un procedimiento de dos etapas, un hilo sin estirar se hila a menos de 1.000 m/min (3.300 ft/min), usualmente 750 m/min, y se coloca en un envase. El hilo se estira (usualmente en dos etapas) y se "textura" en una máquina llamada texturizador. Las velocidades de enrollado y estirado están limitadas por el dispositivo de aumento de volumen o texturación a 2.500 m/min (8.200 pies/min) o menos. Como en el
15 procedimiento de CF de dos etapas, la cristalización secundaria requiere texturación de estirado rápido. Los procedimientos comunes incluyen procedimientos de spin/draw/text (SDT) de una etapa. Este procedimiento puede proporcionar mejor rentabilidad, eficiencia y calidad que el procedimiento de dos etapas. Son similares a los procedimientos CF de una sola etapa, con la excepción de que el dispositivo de aumento de volumen está en línea. El volumen o textura puede cambiar el aspecto del hilo, separando filamentos y añadiendo suficientes curvas suaves y pliegues para hacer parecer el hilo más grueso (más voluminoso).
20

Fibra discontinua

Los procedimientos de fabricación de fibra incluyen dos procedimientos: el hilado tradicional y el compacto. El procedimiento tradicional típicamente implica dos etapas: i) producir, aplicar acabado, y bobinar seguido de ii) estirar, una aplicación de acabado secundario, rizar, y cortar en fibra discontinua. Los filamentos pueden variar, por
25 ejemplo, de 1,5 dpf a >70 dpf, dependiendo de la aplicación. La longitud del trozo puede ser tan corta como 7 mm o tan larga como 200 mm (de 0,25 pulg. a 8 pulg.) para adaptarse a la aplicación. Para muchas aplicaciones, las fibras se rizan. El rizado se lleva a cabo sobre-alimentando la estopa en una caja de urdimbre de relleno calentada con vapor de agua con un par de rodillos de compresión. La sobre-alimentación dobla la estopa en la caja, formando curvas o rizos en los filamentos. Estas curvas se pueden termoendurecer por el vapor de agua inyectado en la caja.
30 El MW, MWD, y el contenido isotáctico de la resina pueden afectar a la estabilidad del rizo, la amplitud, y la facilidad de rizado.

Telas de masa fundida soplada

Las telas sopladas en masa fundida se pueden referir a bandas de filamentos finos que tienen un diámetro de fibra en el intervalo de 20 a 0,1 micrómetros. Los diámetros de fibra de las fibras sopladas en masa fundida pueden estar
35 en el intervalo de 1 a 10 micrómetros, o en otras realizaciones de 1 a 5 micrómetros. Las bandas no tejidas formadas por estos diámetros de fibra fina tienen tamaños muy pequeños de poro y por lo tanto pueden tener excelentes propiedades de barrera. Por ejemplo, en el procedimiento de soplado en masa fundida, el extrusor funde el polímero y lo suministra a una bomba de dosificación de masa fundida. La bomba de masa fundida suministra el polímero fundido a una velocidad de salida constante a la boquilla de soplado de masa fundida especial. A medida que el polímero fundido sale de la boquilla, se pone en contacto con aire a alta velocidad y alta temperatura (llamado aire primario o de proceso). Este aire rápidamente estira y, en combinación con el aire de enfriamiento rápido, solidifica los filamentos.
40

Todo el procedimiento de formación de fibras tiene lugar típicamente a varias pulgadas de la boquilla. El diseño de boquillas puede ser importante para producir un producto de calidad eficientemente. La tela se forma soplando los filamentos directamente sobre una cinta de formación porosa, típicamente a de 200 mm a 400 mm (de 8 pulg. a 15 pulg.) de las hileras. Se puede usar una distancia de formación más grande para producto de peso base más pesado, más largo. El soplado de masa fundida puede requerir resinas de índice de fluidez muy alto, tal como los superiores a 200 g/10 min, para obtener las fibras más finas posibles, aunque se puede usar resina de un MFR tan bajo como 20 g/10 min a una temperatura de procesamiento más alta en otras realizaciones.
45

50 Tela termosoldada

Las fibras para termosoldar incluyen fibras producidas, por ejemplo, por la extrusión de polímero fundido de una gran hilera que tiene varios miles de orificios o de bancos de hileras más pequeñas, por ejemplo, que contienen tan pocos como 40 orificios. Después de salir de la hilera, las fibras fundidas se enfrían mediante un sistema de enfriamiento con aire de flujo transversal, a continuación se retiran de la hilera y se atenúan (estiran) por medio de aire a alta velocidad. En general, existen dos métodos de atenuación por aire, ambos usan el efecto Venturi. El primero estira el filamento usando una rendija aspiradora (estirado en rendija), que puede ir a lo ancho de la hilera o a lo ancho de la máquina. El segundo método estira los filamentos a través de una boquilla o pistola de aspiración. Los filamentos
55

formados de esta manera se pueden recoger sobre una pantalla ("malla") o cinta de formación porosa para formar la banda. La banda a continuación, se puede hacer pasar a través de rodillos de compresión y a continuación entre rodillos de calandria calentados donde las partes elevadas en un rodillo unen la banda en puntos que cubren, por ejemplo, del 10% al 40% de su área para formar una tela no tejida. En otra realización, la unión de las fibras también se puede efectuar usando calor radiante o de convección. En otra realización más, la unión de fibras se puede efectuar por medio de la fricción usando métodos de hidroentrelazado o de perforación con aguja.

El recocido se puede realizar después de la formación de fibra en filamento continuo o la fabricación de un material no tejido a partir de las fibras. El recocido puede aliviar parcialmente la tensión interna en la fibra estirada y restaurar las propiedades de recuperación elástica de la mezcla en la fibra. Se ha mostrado que el recocido conduce a cambios significativos en la organización interna de la estructura cristalina y el orden relativo de las fases amorfas y semicristalinas. Esto puede conducir a la recuperación de las propiedades elásticas. Por ejemplo, recocer la fibra a una temperatura de por lo menos 40°C, por encima de la temperatura ambiente (pero ligeramente por debajo del punto de fusión cristalino de la mezcla), puede ser adecuado para la restauración de las propiedades elásticas en la fibra.

El recocido térmico de las fibras se puede efectuar manteniendo las fibras (o telas hechas de las fibras) a temperaturas, por ejemplo, entre la temperatura ambiente y hasta 160°C, o alternativamente, a un máximo de 130°C durante un periodo entre unos pocos segundos y menos de 1 hora. Un período de recocido típico es de 1 a 5 minutos a 100°C. El tiempo de recocido y la temperatura se pueden ajustar en base a la composición empleada. En otras realizaciones, la temperatura de recocido varía de 60°C a 130°C. En otra realización, la temperatura es de alrededor de 100°C.

En ciertas realizaciones, por ejemplo, el hilado de fibras continuas convencional, el recocido se puede realizar haciendo pasar la fibra a través de un rodillo calentado (godet), sin la aplicación de técnicas de recocido convencionales. El recocido se puede llevar a cabo deseablemente con muy baja tensión de la fibra para permitir la contracción de la fibra para impartir elasticidad a la fibra. En procedimientos de no tejido, la banda generalmente pasa a través de una calandria para unir (consolidar) por puntos la banda. El paso de la banda no tejida sin consolidar a través de una calandria calentada a una temperatura relativamente alta puede ser suficiente para recocer la fibra e incrementar la elasticidad de la tela no tejida. Al igual que en el recocido de la fibra, el de la banda no tejida se puede conseguir deseablemente con baja tensión para permitir la contracción de la banda tanto en dirección de la máquina (MD) como en dirección transversal (CD) para mejorar la elasticidad de la banda no tejida. En otras realizaciones, la temperatura del rodillo de la calandria de unión varía de 100°C a 130°C. En otra realización, la temperatura es 100°C. La temperatura de recocido se puede ajustar para cualquier mezcla particular.

Las fibras y telas no tejidas de la presente invención se pueden emplear en varias aplicaciones. En una o más realizaciones, se pueden emplear ventajosamente en pañales y/o artículos de higiene personal similares, tales como ropa de incontinencia para adultos. En particular, se pueden emplear como componentes dinámicos o estirables de estos artículos, tales como, pero no limitados a, las bandas de sujeción elásticas. En otras realizaciones, con las fibras y telas no tejidas se pueden fabricar otras prendas o cubiertas de protección, tales como batas médicas o delantales, ropa de cama, o prendas y cubiertas desechables similares.

En otras realizaciones, las fibras y telas de la presente invención se pueden emplear en la fabricación de medios de filtro. Por ejemplo, las aplicaciones particulares incluyen el uso en resinas funcionalizadas en las que la tela no tejida se puede cargar electrostáticamente para formar un electroto.

Para demostrar la práctica de la presente invención, se han preparado y ensayado los siguientes ejemplos.

Ejemplos

Ejemplo 1

Un procedimiento según la presente invención se demostró usando un extrusor de dos tornillos de intermezcla corrotatorio BERSTORFF ZE-90A. El copolímero de etileno y propileno, que contiene 15% en peso de etileno se dosificó a la garganta de alimentación de un extrusor usando un alimentador de tornillo de pérdida de peso. Se alimentó un homopolímero de polipropileno predominantemente isotáctico a la misma garganta de alimentación usando otro alimentador de tornillo de pérdida de peso. La mezcla se trató por viscorreducción en presencia de un peróxido obtenido con el nombre comercial LUPEROX 101 (Arkema). Las secciones del cilindro se montaron como se describe en la Tabla 1.

Tabla I

Número de cilindro	Tipo	Longitud mm	Acumulada mm	Acumulada L/D
1	Cilindro de alimentación	450	450	5
2	Inyector de líquido superior	450	900	10

ES 2 585 238 T3

Número de cilindro	Tipo	Longitud mm	Acumulada mm	Acumulada L/D
3	Inyector de líquido superior	450	1350	15
4	Cerrado	450	1800	20
4,5	Transición	90	1890	21
5	Venteo superior	450	2340	26
6	Alimentación lateral	450	2790	31
7	Cerrado	450	3240	36
8	Venteo superior	450	3690	41
9	Alimentación lateral	450	4140	46
10	Cerrado	450	4590	51
10,5	Transición	205	4795	
	Paquete de tamiz	305	5100	
	Transición	150	5250	
	Placa de boquillas	60	5310	
	Peletizador			

Los segmentos del tornillo se montaron como se muestra en la Tabla II

Tabla II

5

Extrusor	Berstorff						
Tamaño	90A						
Tipo	Inclinación	Relación Longitud/inclinación de los lóbulos	No. de inicios de ángulo	Manejo	Longitud de la pieza mm	Longitud acumulada, mm	Cilindro
EA	75	1	2		75	75	1
A	125	1	2		125	200	1
A	125	1	2		125	325	1
A	125	1	2		125	450	1
EA	125	1	2		125	575	2
KB	75	5	45	LI	75	650	2
EA	100	1	2		100	750	2
EA	75	1	2		75	825	2
EA	75	1	2		75	900	2
KB	75	5	45	LI	75	975	3
KB	75	5	45	LI	75	1050	3
KB	75	5	45	LI	75	1125	3
KB	75	5	45	RE	75	1200	3
EA	75	1	2		75	1275	3
EA	75	1	2		75	1350	3
KB	125	5	45	LI	125	1475	4
KB	125	5	90	LI	125	1600	4
EA	100	0,5	2	RE	50	1650	4
EA	100	1	2		100	1750	4

ES 2 585 238 T3

Extrusor	Berstorff						
Tamaño	90A						
Tipo	Inclinación	Relación Longitud/inclinación de los lóbulos	No. de inicios de ángulo	Manejo	Longitud de la pieza mm	Longitud acumulada, mm	Cilindro
KB	125	5	45	LI	125	1875	5
KB	125	5	90	LI	125	2000	5
EA	100	1	2		100	2100	5
ZB	75	3	12	RE-LI	75	2175	5
ZB	75	3	12	RE-LI	75	2250	5
KB	125	5	90		125	2375	6
EA	100	1	2		100	2475	6
ZB	75	3	12	RE-LI	75	2550	6
ZB	75	3	12	RE-LI	75	2625	6
KB	75	5	90		75	2700	6
	100	1	2		100	2800	7
ZB	75	3	12	RE-LI	75	2875	7
ZB	75	3	12	RE-LI	75	2950	7
EA	100	1	2		100	3050	7
EA	100	1	2		100	3150	7
EA	100	1	2		100	3250	8
A	125	1	2		125	3375	8
A	125	1	2		125	3500	8
A	125	1	2		125	3625	8
A	125	1	2		125	3750	9
EA	100	1	2		100	3850	9
EA	100	1	2		100	3950	9
EA	75	1	2		75	4025	9
EA	75	1	2		75	4100	9
EA	75	1	2		75	4175	10
EA	75	1	2		75	4250	10
EA	75	1	2		75	4325	10
EA	75	1	2		75	4400	10
EA	75	1	2		75	4475	10
EA	75	1	2		75	4550	10
ZE90A-120	0			GRD	0	4550	10

La Tabla III proporciona las características del procedimiento de viscorreducción.

Tabla III

5

Tasa de producción	kg/h (1b/h)	907 (2000)
Tasa de alimentación de copolímero de etileno-propileno	kg/h (1b/h)	771 (1700)

ES 2 585 238 T3

Tasa de alimentación de polipropileno	kg/h (1b/h)	136 (300)
Tasa de alimentación de Luperox101	kg/h (1b/h)	3 (6,5)
Zona de venteo	Zona	8
Diámetro del orificio de la boquilla	cm (pulgada)	0,32 cm (0,125)
No. de orificios abiertos	No.	80
Radios del eje del peletizador	No.	2
Paletas del eje del peletizador	No.	2
Muelle del peletizador	Color	Red
OD del tamiz	cm (pulgada)	14,6 cm (5,75)
Paquete de tamices-tamiz 1	µm (Malla)	635 (40)
Paquete de tamices-tamiz 2	µm (Malla)	78 (325)
Paquete de tamices-tamiz 3	µm (Malla)	127 (200)
Paquete de tamices-tamiz 4	µm (Malla)	317 (80)
Paquete de tamices-tamiz 5	µm (Malla)	635 (40)
Vacío de la zona de venteo	kPa (pulg. Hg)	91,4 (27)
Velocidad del tornillo	rpm	250
Temperatura de la zona de alimentación	(C) (F)	enfriada
Zona 2 del extrusor	(C) (F)	148 (298)
Zona 3 del extrusor	(C) (F)	216 (420)
Zona 4 del extrusor	(C) (F)	238 (461)
Zona 4,5 del extrusor	(C) (F)	188 (370)
Zona 5 del extrusor	(C) (F)	237 (458)
Zona 6 del extrusor	(C) (F)	227 (440)
Zona 7 del extrusor	(C) (F)	206 (403)
Zona 8 del extrusor	(C) (F)	200 (393)
Zona 9 del extrusor	(C) (F)	151 (304)
Zona 10 del extrusor	(C) (F)	187 (369)
Psig de la masa fundida aguas arriba	kPa (Psig)	2171 (315)
Temperatura de la masa fundida aguas arriba	(C) (F)	215 (419)
Psig de la masa fundida aguas abajo	kPa (Psig)	1333 (193)
Temperatura de la masa fundida aguas abajo	(C) (F)	166 (330)
Placa de boquillas	(C) (F)	171 (340)
Velocidad del peletizador	rpm	1750
Amperios del peletizador	amps	23
MFR del producto		230

Ejemplo 2

Un procedimiento según la presente invención se demostró usando un extrusor de dos tornillos de intermezcla corrotatorio WERNER-PFLEIDERER ZSK-90 (Werner-Pfleiderer, nka, Coperion).

- 5 Se instaló una bomba rotatoria a la salida del extrusor, seguida de un cambiador de tamiz, placa de boquillas, y un peletizador. Se conectó una bomba de vacío al puerto de venteo del cilindro 8. El polipropileno y el copolímero de etileno-propileno se alimentaron usando alimentadores de pérdida de peso independientes. El peróxido se inyectó en el cilindro 2 usando una tobera de inyección. El antioxidante, IRGAPHOS 168 (Ciba Specialties), se inyectó en

forma de suspensión en el 6° cilindro del extrusor. Se usó como medio de suspensión una polialfaolefina, SPECTRASYN 100 (ExxonMobil Chemical Co.). Las condiciones del procedimiento se dan a continuación en la Tabla IV. Se obtuvo un producto con un índice de fluidez de 118.

5 Tabla IV

Tasa de alimentación de VM6200	kg/h	297,5
Tasa de alimentación de PP3155	kg/h	52,5
Tasa de alimentación de Luperox101	kg/h	0,48
Tasa de alimentación de suspensión de antioxidante	kg/h	1,4
Contenido de Irgaphos 168	% en peso	25
Contenido de SpectraSyn 100	% en peso	75
Localización de puerto de peróxido		2 Arriba/Abajo
Localización del puerto de antioxidante		6 Aguas abajo
Zona de venteo	Zona	8
Diámetro del orificio de la boquilla	cm (inch)	<u>0,32 cm (0,125)</u>
No. de orificios abiertos	No.	25
Radios del eje del peletizador	No.	8
Tipo de eje del peletizador		Oscilante
Paletas del eje del peletizador	No.	8
Muelle del peletizador	Color	Red
Velocidad del tornillo	rpm	200
Potencia del extrusor usada	KW	63
Par del tornillo	%	67
Temperatura de la zona de alimentación	C	Enfriada
Zona 2 del extrusor	C	115
Zona 3 del extrusor	C	203
Zona 4 del extrusor	C	220
Zona 5 del extrusor	C	222
Zona 6 del extrusor	C	222
Zona 7 del extrusor	C	222
Zona 8 del extrusor	C	168
Zona 9 del extrusor	C	140
Zona 10 del extrusor	C	104
Presión de succión de la MFP	kPa (Psig)	<u>841 (122)</u>
Temperatura de la bomba rotatoria de la masa fundida.	C	194
Presión de descarga de la MGP	kPa (Psig)	<u>4516 (655)</u>
Tamiz	C	150
Presión de la boquilla	kPa (Psig)	<u>3620 (525)</u>
Placa de boquillas	C	131
Velocidad del peletizador	rpm	1491
Temperatura del agua del peletizador	C	26,8
Presión de la bomba de vacío	kPa (pulg. Hg)	<u>80,6 (23,8)</u>

REIVINDICACIONES

1. Un método para formar una mezcla polimérica, comprendiendo el método:
 - 5 (i) cargar a un extrusor reactivo un primer polímero y un segundo polímero para formar una mezcla inicial, en el que el primer polímero es un elastómero basado en propileno que incluye hasta 35% en peso de unidades derivadas de etileno que tiene un calor de fusión, como se determinó según procedimientos de DSC según la ASTM E-793, de menos de 80 J/g y una temperatura de fusión de menos de 110°C, en el que el segundo polímero es un polímero basado en propileno que tiene una temperatura de fusión de más de 110°C y un calor de fusión de más de 80 J/g;
 - (ii) después de dicha etapa de carga, cargar un peróxido a la mezcla inicial para formar por ello una mezcla reactiva;
 - 10 (iii) efectuar la mezcla reactiva a un caudal a través de una serie de cilindros dentro del extrusor;
 - (iv) someter la mezcla reactiva, en uno o más cilindros, a una mezcla de alta cizalladura;
 - (v) mantener la temperatura de la mezcla reactiva a una temperatura suficiente para descomponer por lo menos el 50% del peróxido y formar por ello una mezcla reaccionada;
 - 15 (vi) restringir el caudal de la mezcla reaccionada a través de uno o más cilindros para incrementar el tiempo que la mezcla reactiva se somete a la mezcla de alta cizalladura;
 - (vii) retirar compuestos de la mezcla reaccionada o la mezcla reactiva;
 - (viii) introducir un antioxidante en la mezcla reaccionada;
 - (ix) incrementar el caudal de la mezcla reaccionada a través de uno o más cilindros;
 - 20 (x) después de dicha etapa de incrementar el caudal, hacer pasar la mezcla reaccionada a través de uno o más tamices para retirar por ello contaminantes no deseados; y
 - (xi) peletizar la mezcla reaccionada.
2. El método de la reivindicación 1, en el que dicha etapa (v) incluye mantener la temperatura de la mezcla reactiva a una temperatura suficiente para descomponer por lo menos el 70% del peróxido.
- 25 3. El método de las reivindicaciones 1-2, en el que dicha etapa (v) incluye mantener la temperatura de la mezcla reactiva a una temperatura suficiente para descomponer por lo menos el 90% del peróxido.
4. El método de las reivindicaciones 1-3, en el que dicha etapa (v) incluye mantener la temperatura de la mezcla reactiva a por lo menos 165°C.
5. El procedimiento de las reivindicaciones 1-4, en el que dicha etapa (v) incluye mantener la temperatura de la mezcla reactiva a por lo menos 185°C.
- 30 6. El método de las reivindicaciones 1-5, en el que dicha etapa (iii) incluye cargar por lo menos 1.000 ppm de peróxido basado en el peso del elastómero basado en propileno y la resina termoplástica basada en propileno combinados.
7. El método de las reivindicaciones 1-6, en el que dicha etapa (iii) incluye cargar por lo menos 3.000 ppm de peróxido basado en el peso del elastómero basado en propileno y la resina termoplástica basada en propileno combinados.
- 35 8. Un método para formar una mezcla polimérica, comprendiendo el método:
 - 40 (i) cargar a un extrusor reactivo un primer polímero y un segundo polímero para formar una mezcla, en el que el primer polímero es un elastómero basado en propileno que incluye hasta 35% en peso de unidades derivadas de etileno que tiene un calor de fusión, como se determinó según procedimientos de DSC según la ASTM E-793, de menos de 80 J/g y una temperatura de fusión de menos de 110°C, en el que el segundo polímero es un polímero basado en propileno que tiene una temperatura de fusión de más de 110°C y un calor de fusión de más de 80 J/g;
 - (ii) después de dicha etapa de carga, cargar un peróxido a la mezcla inicial para formar por ello una mezcla reactiva;
 - (iii) efectuar la mezcla reactiva a un caudal a través de una serie de cilindros dentro del extrusor;
 - (iv) someter la mezcla reactiva, en uno o más cilindros, a una mezcla de alta cizalladura;
 - 45 (v) mantener la temperatura de la mezcla reactiva a una temperatura de por lo menos 165°C durante por lo menos 5 segundos para formar por ello una mezcla reaccionada;

- (vi) restringir el caudal de la mezcla reaccionada a través de uno o más cilindros para incrementar el tiempo que la mezcla reactiva se somete a la mezcla de alta cizalladura;
 - (vii) retirar compuestos de la mezcla reaccionada o la mezcla reactiva;
 - (viii) introducir un antioxidante en la mezcla reaccionada;
- 5 (ix) incrementar el caudal de la mezcla reaccionada a través de uno o más cilindros;
- (x) después de dicha etapa de incrementar el caudal, hacer pasar la mezcla reaccionada a través de uno o más tamices para retirar por ello contaminantes no deseados; y
 - (xi) peletizar la mezcla reaccionada.
- 10 9. El método de la reivindicación 8, en el que dicha etapa (v) incluye mantener la temperatura de la mezcla reactiva a una temperatura de por lo menos 185°C durante por lo menos 15 segundos.
10. El método de las reivindicaciones 8-9, en el que dicha etapa (v) incluye mantener la temperatura de la mezcla reactiva a una temperatura de por lo menos 185°C durante por lo menos 20 segundos.
11. El método de las reivindicaciones 8-10, en el que dicha etapa (v) incluye mantener la temperatura de la mezcla reactiva a una temperatura de por lo menos 185°C durante por lo menos 30 segundos.
- 15 12. El método de las reivindicaciones 8-11, en el que dicha etapa (iii) incluye cargar por lo menos 1.000 ppm de peróxido basado en el peso del elastómero basado en propileno y la resina termoplástica basada en propileno combinados.
- 20 13. El método de las reivindicaciones 8-12, en el que dicha etapa (iii) incluye cargar por lo menos 3.000 ppm de peróxido basado en el peso del elastómero basado en propileno y la resina termoplástica basada en propileno combinados.

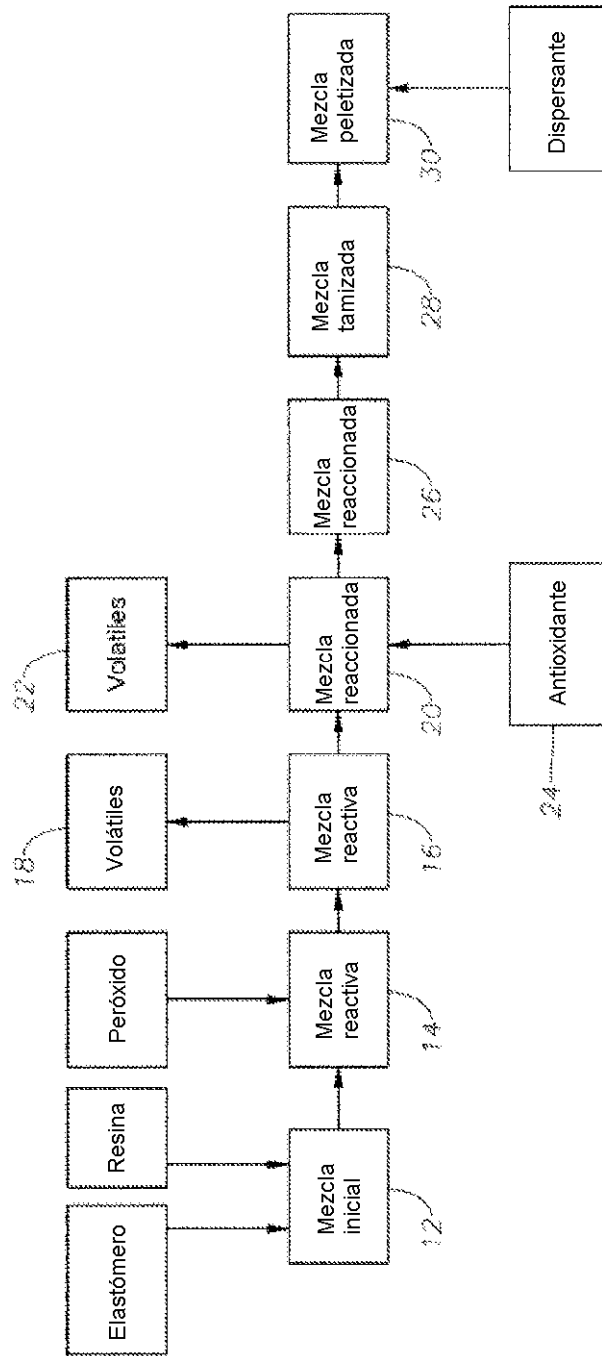


Fig. 1