

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 614 950**

51 Int. Cl.:

**C08L 23/10** (2006.01)

**C08L 23/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.09.2013 PCT/EP2013/069296**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.03.2014 WO2014044683**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.09.2013 E 13763069 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.11.2016 EP 2898015**

54 Título: **Proceso para la preparación de una composición que comprende copolímero de propileno heterofásico y talco**

30 Prioridad:

**19.09.2012 EP 12006582**

**19.09.2012 EP 12006583**

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

**02.06.2017**

73 Titular/es:

**SAUDI BASIC INDUSTRIES CORPORATION**

**(100.0%)**

**P.O. Box 5101**

**Riyadh 11422, SA**

72 Inventor/es:

**HERKLOTS, MARC y**

**VAN MIERLOO, SARAH**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 614 950 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

Proceso para la preparación de una composición que comprende copolímero de propileno heterofásico y talco

La invención se refiere a un proceso para la preparación de una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco, una composición obtenida u obtenible por dicho proceso y al uso de dicha composición.

El copolímero de propileno heterofásico, también conocido como copolímeros de propileno de impacto o copolímeros de bloque de propileno, son una clase importante de polímeros debido a su atractiva combinación de propiedades mecánicas, tales como resistencia al impacto con respecto a un amplio intervalo de temperatura y su bajo coste. Estos copolímeros encuentran una amplia gama de aplicaciones que varían de la industria del consumo (por ejemplo, embalajes y artículos del hogar), la industria automotriz a aplicaciones eléctricas.

Para aumentar la rigidez del copolímero de propileno heterofásico, puede añadirse talco como una carga. Sin embargo, se sabe que la estabilidad termooxidativa disminuye mediante la adición de talco. Principalmente, las interacciones entre el estabilizador (tal como un antioxidante) y talco y los mecanismos de adsorción/desorción son responsables de este efecto. Cuando la rigidez del copolímero de propileno heterofásico aumenta por el talco, se necesita más cantidad de estabilizador con el fin de obtener la misma estabilidad de un copolímero de propileno heterofásico en comparación con cuando el talco no está presente en el copolímero de propileno heterofásico. El uso de altas cantidades de estabilizador conduce a altas cantidades de productos de degradación de estabilizador e impurezas en el polímero final. Estos productos de degradación de estabilizador pueden ser liberados durante la vida de la composición de copolímero de propileno heterofásico, que no es deseada, ya que puede producir olores desagradables y puede afectar las propiedades organolépticas. Por tanto, altas cantidades de productos de degradación de estabilizador hacen que el copolímero de propileno heterofásico sea inadecuado para las aplicaciones en contacto con alimentos. Por tanto, el uso de altas cantidades de estabilizadores se añade al coste de la composición de copolímero de polipropileno heterofásico, que no se desea desde un punto de vista económico.

Por tanto, es un objetivo de la invención proporcionar una composición de polipropileno heterofásico que combine una alta rigidez con una alta estabilidad termooxidativa.

Este objetivo se logra por un proceso para la preparación de una composición que comprende (A) un copolímero de propileno heterofásico, (B) talco y (C) un antioxidante fenólico y/o un estabilizador de procesamiento,

en el que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz basada en propileno,

en el que la matriz basada en propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- $\alpha$ -olefina que consiste en al menos el 70 % en peso de propileno y hasta el 30 % en peso de etileno, basado en el peso total de la matriz basada en propileno, en el que la matriz basada en propileno está presente en una cantidad del 60 al 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y

(b) un copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso,

en el que el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso está presente en una cantidad del 40 al 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en el que la suma de la cantidad total de matriz basada en propileno y la cantidad total del copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es del 100 % en peso,

en el que al menos parte del talco está modificado en la superficie y en el que la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente el 0,5 a como máximo el 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

que comprende la etapa de

mezclar el fundido del componente (A), componente (B) y componente (C).

Se ha encontrado que con el proceso de la presente invención, puede prepararse una composición de polipropileno heterofásico que combina las propiedades favorables de una alta rigidez, una buena resistencia al impacto y una alta estabilidad termooxidativa.

El uso del talco modificado en la superficie según la presente invención conduce a una estabilidad termooxidativa más alta de la composición de polipropileno heterofásico en comparación con los casos en los que se usa talco no modificado en la superficie. El uso del talco modificado en la superficie según la presente invención conduce además a una estabilidad termooxidativa comparable como los casos en los que no se añade talco, mientras que se obtienen propiedades mecánicas mejoradas debido a la presencia de talco.

- Además, el proceso de la invención es un proceso fácil y rentable. Se encontró que se obtienen propiedades mecánicas satisfactorias a una cantidad relativamente pequeña del talco modificado en la superficie de aproximadamente el 0,5 al 5 % en peso. Una cantidad más alta del talco modificado en la superficie puede producir un efecto negativo sobre la estabilidad, aunque menos grave que un talco no modificado, y la cantidad relativamente pequeña del talco modificado en la superficie usada según la invención garantiza que se mantiene una alta estabilidad.
- Además, la pequeña cantidad de talco usada en el proceso de la invención permite que el talco se añada en línea, es decir, en la prensa extrusora directamente después del reactor y no fuera de línea en una etapa de combinación separada, que sería necesaria para cantidades más grandes de talco.
- También se observa que se usa normalmente una cantidad más alta de talco (modificado en la superficie) para preparar una composición para su uso en aplicaciones automotrices, mientras que la cantidad relativamente baja del 0,5 al 5% en peso del talco (modificado en la superficie) se usa en aplicaciones de extrusión tales como una tubería o una hoja, o aplicaciones de moldeo por inyección tales como maletas, envases, cajones y cajas y estuches para herramientas eléctricas.
- El uso del talco modificado en la superficie según la presente invención permite una cantidad más baja de antioxidantes fenólicos que van a usarse para obtener una estabilidad termooxidativa deseada, que a su vez conduce a una cantidad más baja de los productos de degradación de los antioxidantes fenólicos. Esto es favorable para el rendimiento organoléptico de la composición según la invención y niveles de emisión más bajos.
- Para el fin de la presente invención, la rigidez se determina midiendo el módulo de flexión según ASTM D790-10.
- Para el fin de la presente invención, la resistencia al impacto se determina midiendo la resistencia al impacto Izod a 23 °C según ISO 180 4A.
- Para el fin de la presente invención, el flujo se determina midiendo la velocidad de flujo del fundido, también llamada índice de flujo del fundido o índice de fusión según ISO1133 (2,16 kg/230 °C).
- Los copolímeros de propileno heterofásico se preparan generalmente en uno o más reactores, por polimerización de propileno en presencia de un catalizador y posterior polimerización de una mezcla de propileno- $\alpha$ -olefina. Los materiales poliméricos resultantes son heterofásicos, pero la morfología específica normalmente depende del método de preparación y las relaciones de monómero usadas.
- Los copolímeros de propileno heterofásicos empleados en el proceso según la presente invención pueden producirse usando cualquier técnica convencional conocida para el experto, por ejemplo, polimerización por proceso multietapa, tal como polimerización en bloque, polimerización en fase gaseosa, polimerización en suspensión, polimerización en disolución o cualquier combinación de las mismas. Puede usarse cualquier sistema de catalizador convencional, por ejemplo, Ziegler -Natta o metalloceno. Tales técnicas y catalizadores se describen, por ejemplo, en el documento WO06/010414; *Polypropylene and other Polyolefins*, por Ser van der Ven, *Studies in Polymer Science* 7, Elsevier 1990; documentos WO06/010414, US4399054 y US4472524.
- El copolímero de propileno heterofásico de la composición de la invención consiste en una matriz basada en propileno y un copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso.
- La matriz basada en propileno normalmente forma la fase continua en el copolímero de propileno heterofásico.
- La matriz basada en propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- $\alpha$ -olefina que consiste en al menos el 70 % en peso de propileno y hasta el 30 % en peso de  $\alpha$ -olefina, por ejemplo, etileno, por ejemplo, que consiste en al menos el 80 % en peso de propileno y hasta el 20 % en peso de  $\alpha$ -olefina, por ejemplo, que consiste en al menos el 90 % en peso de propileno y hasta el 10 % en peso de  $\alpha$ -olefina basado en el peso total de la matriz basada en propileno.
- Preferentemente, la  $\alpha$ -olefina en el copolímero de propileno- $\alpha$ -olefina está seleccionada del grupo de  $\alpha$ -olefinas que tienen 2 o 4-10 átomos de carbono y es preferentemente etileno.
- Preferentemente, la matriz basada en propileno consiste en un homopolímero de propileno.
- El índice de flujo del fundido (MFI) de la matriz basada en propileno (antes de mezclarse en la composición de la invención) puede estar en el intervalo de, por ejemplo, 0,3 a 200 dg/min, por ejemplo, de 0,3 a 80 dg/min, medido según ISO1133 (2,16 kg/230 °C), por ejemplo, en el intervalo de 3 a 70, por ejemplo, en el intervalo de 10 a 60 dg/min, por ejemplo, en el intervalo de 15 a 40 dg/min.
- La matriz basada en propileno está presente en una cantidad del 60 al 95 % en peso, por ejemplo, 65 al 85% en peso, por ejemplo, 70 al 85 % en peso, por ejemplo, 70 al 80 % en peso, por ejemplo, 65 al 75 % en peso o 75 al 85 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total.

- La matriz basada en propileno es preferentemente semi-cristalina, es decir, no es el 100 % amorfa, ni es el 100 % cristalina. Por ejemplo, la matriz basada en propileno es al menos el 40 % cristalina, por ejemplo, al menos el 50 %, por ejemplo, al menos el 60 % cristalina y/o por ejemplo, como máximo el 80 % cristalina, por ejemplo, como máximo el 70 % cristalina. Por ejemplo, la matriz basada en propileno tiene un cristalinidad del 60 al 70 %. Para el fin de la invención, el grado de cristalinidad de la matriz basada en propileno se mide usando calorimetría diferencial de barrido según ISO11357-1 y ISO11357-3 de 1997, usando una tasa de barrido de 10 °C/min, una muestra de 5 mg y usando la segunda curva de calentamiento como patrón teórico para un material 100 % cristalino 207,1 J/g.
- Además de la matriz basada en propileno, el copolímero de propileno heterofásico también consiste en un copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso. El copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso también se denomina en el presente documento la 'fase dispersa'. La fase dispersa se incorpora en el copolímero de propileno heterofásico en una forma discontinua. El tamaño de partícula de la fase dispersa normalmente está en el intervalo de 0,5 a 10 micrómetros, como puede determinarse por transmisión microscopía electrónica (TEM).
- El MFI del copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso (antes de mezclar en la composición de la invención) puede, por ejemplo, estar en el intervalo de 0,001 a 10 dg/min (medido según ISO1133 (2,16 kg/230 °C)), preferentemente en el intervalo de 0,006 a 5 dg/min.
- El copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso está presente en una cantidad del 40 al 5 % en peso, por ejemplo, en una cantidad del 35 al 15 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total, por ejemplo, en una cantidad de al menos el 20 % en peso y/o por ejemplo, en una cantidad de como máximo el 30 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total.
- Preferentemente, la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina está en el intervalo del 20-65 % en peso, por ejemplo, en el intervalo del 40 al 60 % en peso basado en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina, por ejemplo, la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina es al menos el 30 % en peso y/o por ejemplo como máximo el 55 % en peso basado en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina.
- En el polipropileno heterofásico en la composición de la invención, la suma del peso total de la matriz basada en propileno y el peso total del copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso es del 100 % en peso.
- La  $\alpha$ -olefina en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina se elige preferentemente del grupo de  $\alpha$ -olefinas que tienen 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas, preferentemente la  $\alpha$ -olefina en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina se elige del grupo de  $\alpha$ -olefinas que tienen 3 a 4 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas, más preferentemente la  $\alpha$ -olefina es propileno, en cuyo caso el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina es copolímero de etileno-propileno. Ejemplos de  $\alpha$ -olefinas adecuadas que tienen 3 a 8 átomos de carbono, que pueden emplearse como comonomeros de etileno para formar el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina, incluyen, pero no se limitan a, propileno, 1-buteno, 1-penteno, 4-metil-1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno y 1-octeno.
- El proceso de la invención comprende la etapa de mezclar el fundido del componente (A), componente (B) y componente (C).
- Con mezclar el fundido se indica que el talco y el antioxidante fenólico y/o el estabilizador de procesamiento se mezclan con el copolímero de propileno heterofásico a una temperatura que supera el punto de fusión del copolímero de propileno heterofásico. El mezclar el fundido puede hacerse usando técnicas conocidas para el experto, por ejemplo, en una prensa extrusora. Generalmente, en el proceso de la invención, el mezclar el fundido se realiza a una temperatura en el intervalo de 200-300 °C.
- Son conocidas para el experto condiciones adecuadas para mezclar el fundido, tales como temperatura, presión, cantidad de cizallamiento, velocidad del husillo y diseño del husillo, cuando se usa una prensa extrusora.
- Si se usa una prensa extrusora, puede usarse una prensa extrusora convencional tal como una prensa extrusora de doble husillo. La temperatura puede variar a través de las diferentes zonas de la prensa extrusora según se requiera. Por ejemplo, la temperatura puede variar de 180 °C en la zona de alimentación a 300 °C en la boquilla.
- Preferentemente, la temperatura en la prensa extrusora varía de 200 a 265 °C; temperaturas más bajas pueden conducir a una procesabilidad reducida; temperaturas demasiado altas pueden inducir procesos de degradación no deseados, que pueden, por ejemplo, producir composiciones que tienen malas propiedades mecánicas. Asimismo, la velocidad del husillo de la prensa extrusora puede variar según se necesite. Velocidades del husillo típicas están en el intervalo de aproximadamente 100 rpm a aproximadamente 400 rpm.
- El tiempo de residencia en la prensa extrusora para el copolímero de propileno heterofásico puede ser más bajo de 1 minuto, por ejemplo, entre 10 y 40 segundos.
- El talco es un mineral relativamente abundante, barato, altamente hidrófobo y generalmente no reactivo. Puede clasificarse como un silicato de magnesio hidratado y sus componentes principales pueden representarse por, entre otras, una o más de las fórmulas  $(\text{Si}_2\text{O}_5)_2\text{Mg}_3(\text{OH})_2$ ,  $\text{Si}_8\text{Mg}_6\text{O}_{20}(\text{OH})_4$  o  $\text{Mg}_{12}\text{Si}_{16}\text{O}_{40}(\text{OH})_8$ . Talcos adecuados para su

uso como aditivos a un copolímero de propileno heterofásico están comercialmente disponibles de, por ejemplo, Imerys Luzenac. 'Talc' ('talco') y 'talcum' ('talco') se usan indistintamente en el presente documento.

5 El talco está disponible en varios tamaños de partícula, por ejemplo, los tamaños de partícula del talco se clasifican como 'ultrafino' (tamaño de partícula promedio inferior a 1 μm, por ejemplo, un tamaño de partícula promedio en el intervalo de 0,5 a 0,9 μm) y 'fino' (tamaño de partícula promedio de al menos 1 μm, por ejemplo, un tamaño de partícula promedio de 1 μm a 5 μm). Preferentemente, se usan partículas de polvo finas o ultrafinas en el proceso de la presente invención.

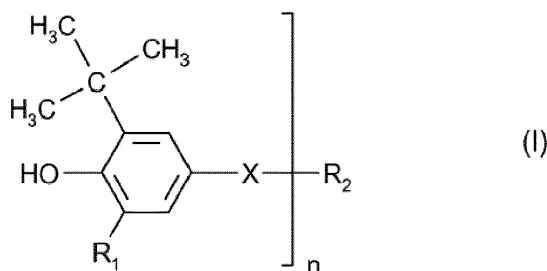
10 Otras palabras que se usan comúnmente para talco modificado en la superficie son talco tratado en la superficie o talco recubierto en la superficie. Los talcos modificados en la superficie son conocidos para el experto en la materia y están comercialmente disponibles de, por ejemplo, Imerys Luzenac. Los talcos modificados en la superficie pueden prepararse añadiendo un modificador de la superficie al talco. La naturaleza y concentración del modificador depende del beneficio deseado en el material compuesto de talco final, como la mejora del enlace entre el talco y el polímero o para mejorar la dispersión del talco en el polímero. Ejemplos de modificadores de la superficie son silanos, aminas, glicoles, estearatos, sorbatos y titanatos.

15 Preferentemente, el talco modificado en la superficie es un talco que está modificado en la superficie con una sustancia polar seleccionada del grupo de glicoles, silanos y aminas.

20 Dependiendo de la rigidez deseada, la cantidad de talco usada puede variarse. Por motivos prácticos, la cantidad de talco modificado en la superficie en la composición de la invención es como máximo del 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico. Por ejemplo, la cantidad de talco modificado en la superficie en la composición es al menos el 1 % en peso, por ejemplo, al menos el 1,5 % en peso y/o, por ejemplo, como máximo el 4 % en peso, por ejemplo, como máximo el 3,5 % en peso, por ejemplo, como máximo el 3 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico.

25 En el proceso de la invención o en la composición de la invención, al menos parte del talco está modificado en la superficie, que significa que también pueden usarse mezclas de talco modificado en la superficie con talco no modificado en la superficie. Preferentemente, al menos el 80 % en peso del talco usado en el proceso de la invención o presente en la composición de la invención está modificado en la superficie, más preferentemente al menos el 90 % en peso, incluso más preferentemente al menos el 95 % en peso, en particular al menos el 98 % en peso, más en particular al menos el 99 % en peso, lo más en particular todo el talco usado en el proceso de la invención o presente en la composición de la invención está modificado en la superficie. Cuanto mayor sea el % en peso de talco modificado en la superficie basado en el talco usado, menos cantidad de componente (C) se necesita para obtener una alta estabilidad termooxidativa.

Preferentemente, el antioxidante fenólico, el componente (C), es un compuesto de fórmula I

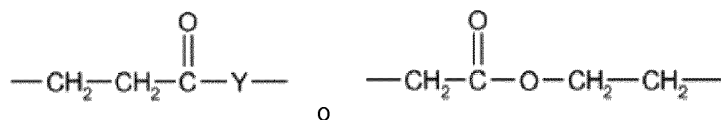


en la que

35 R<sub>1</sub> es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

n es 1, 2, 3 o 4,

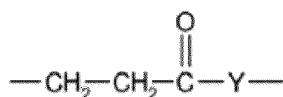
X es metileno,



Y es hidrógeno o -NH-; y,

40 si n es 1,

X es

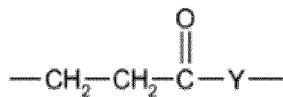


donde Y está unido a R<sub>2</sub>, y

R<sub>2</sub> es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>25</sub>; y,

si n es 2,

5 X es



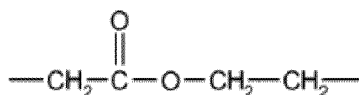
donde Y está unido a R<sub>2</sub>, y

R<sub>2</sub> es alquileno C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>, alquileno C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub> interrumpido por oxígeno o azufre; o, si Y es -NH-,

R<sub>2</sub> es además un enlace directo; y,

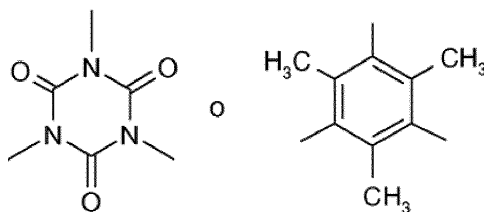
10 si n es 3,

X es metileno o



donde el grupo etileno está unido a R<sub>2</sub>, y

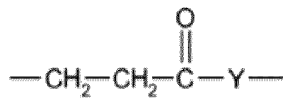
R<sub>2</sub> es



15 y

si n es 4,

X es



20 donde Y está unido a R<sub>2</sub>, y

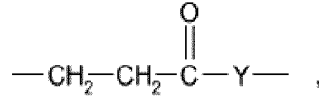
R<sub>2</sub> es alcano C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>-tetraílo.

25 Alquilo que tiene hasta 25 átomos de carbono es un radical ramificado o sin ramificar, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo, isobutilo, terc-butilo, 2-etilbutilo, n-pentilo, isopentilo, 1-metilpentilo, 1,3-dimetilbutilo, n-hexilo, 1-metilhexilo, n-heptilo, isoheptilo, 1,1,3,3-tetrametilbutilo, 1-metilheptilo, 3-metilheptilo, n-octilo, 2-etilhexilo, 1,1,3-trimetilhexilo, 1,1,3,3-tetrametilpentilo, nonilo, decilo, undecilo, 1-metilundecilo, dodecilo, 1,1,3,3,5,5-hexametilhexilo, tridecilo, tetradecilo, pentadecilo, hexadecilo, heptadecilo, octadecilo, eicosilo o docosilo. Una definición preferida de R<sub>1</sub> es metilo y terc-butilo. Una definición particularmente preferida de R<sub>2</sub> es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, especialmente alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>, por ejemplo, alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>18</sub>. Una definición especialmente preferida de R<sub>2</sub> es alquilo C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>, especialmente alquilo C<sub>14</sub>-C<sub>18</sub>, por ejemplo, alquilo C<sub>18</sub>.



Asimismo, se da preferencia a composiciones que comprenden como componente (c) al menos un compuesto de fórmula I en la que R<sub>1</sub> es metilo o terc-butilo, n es 1, 2, 3 o 4,

X es metileno o



5 Y es hidrógeno o -NH-; y, si n es 1,

R<sub>2</sub> es alquilo C<sub>14</sub>-C<sub>18</sub>; y

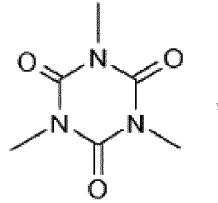
si n es 2,

R<sub>2</sub> es alquileo C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub>, o es alquileo C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub> interrumpido por oxígeno; y,

si n es 3,

10 X es metileno,

R<sub>2</sub> es

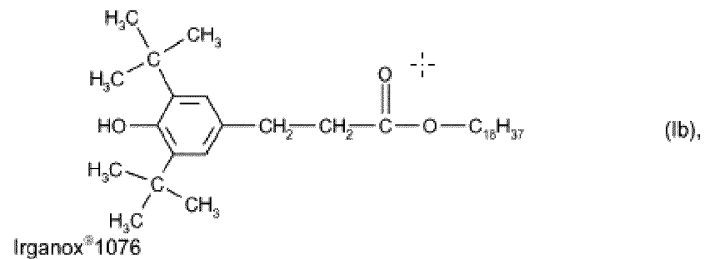
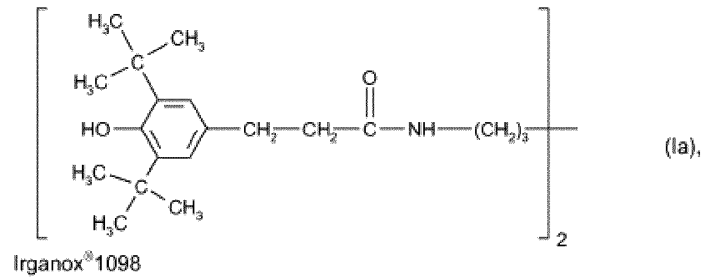


y,

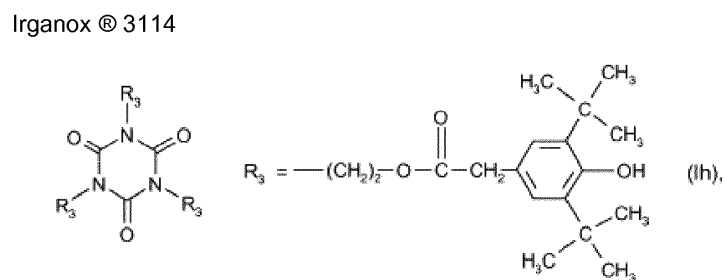
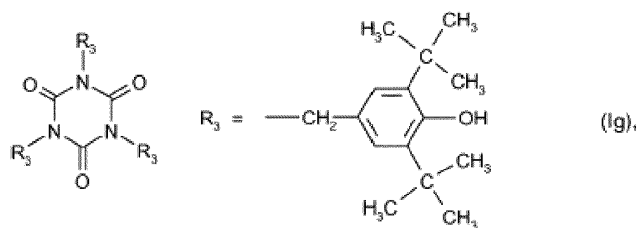
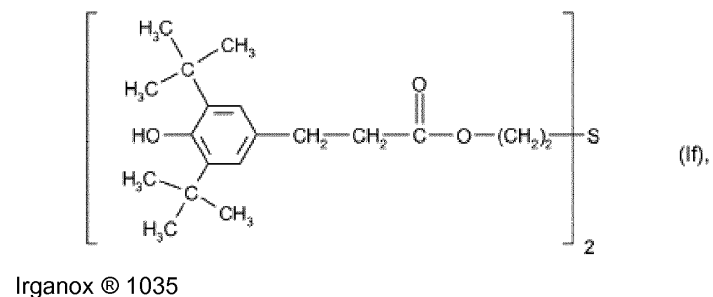
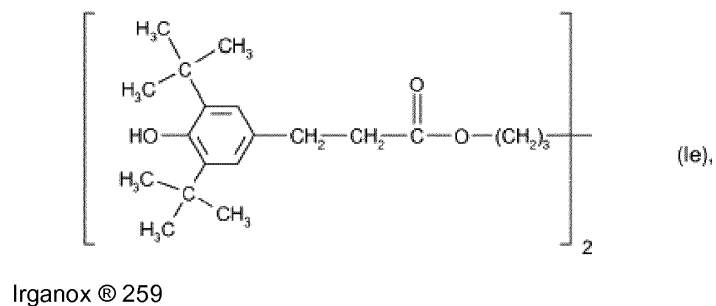
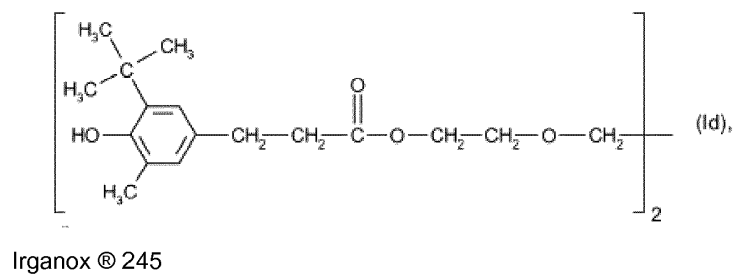
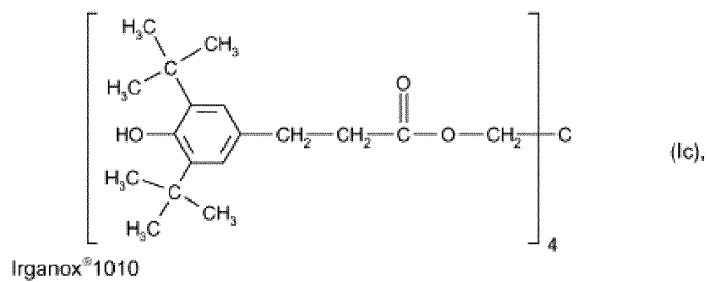
si n es 4,

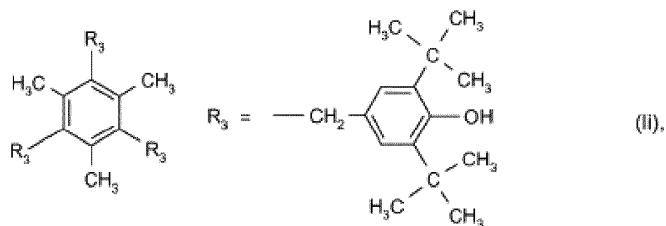
15 R<sub>2</sub> es alcano C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub>-tetraílo.

Asimismo, son de interés las composiciones que comprenden como componente (C) al menos un compuesto de fórmula I en la que el compuesto de fórmula I es un compuesto de fórmula la a li









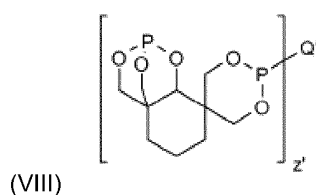
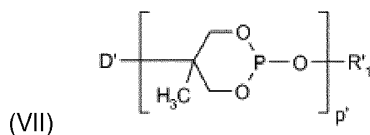
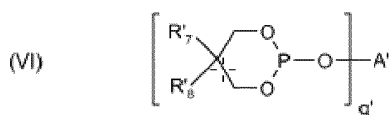
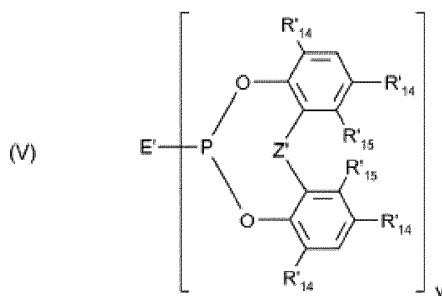
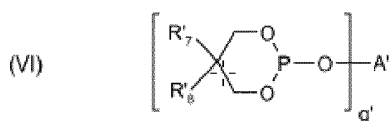
Irganox ® 1330

Irganox<sup>®</sup>1098, Irganox<sup>®</sup>1076, Irganox<sup>®</sup>1010, Irganox<sup>®</sup>245, Irganox<sup>®</sup>259, Irganox<sup>®</sup>3114, Irganox<sup>®</sup>1035, Irganox<sup>®</sup>3125 y Irganox<sup>®</sup>1330 son nombres comerciales protegidos de Ciba Inc. Se da preferencia como componente (C) a al menos un compuesto de fórmula I en la que el compuesto de fórmula I es un compuesto de fórmula Ia, Ib, Ic o Id, en particular un compuesto de fórmula Ia, Ib o Ic.

El componente (C) y los compuestos de fórmula I son conocidos y en algunos casos pueden obtenerse comercialmente. Posibles procesos de preparación para los compuestos de fórmula I pueden encontrarse, por ejemplo, en las patentes de EE.UU. 3.330.859 o 3.960.928.

También son de interés composiciones que comprenden como componente (C) los estabilizadores de procesamiento seleccionados del grupo que consiste en fosfitos o fosfonitos orgánicos.

Son de particular interés composiciones que comprenden como componente (C) al menos un compuesto del grupo de los fosfitos o fosfonitos orgánicos de fórmulas II a VIII

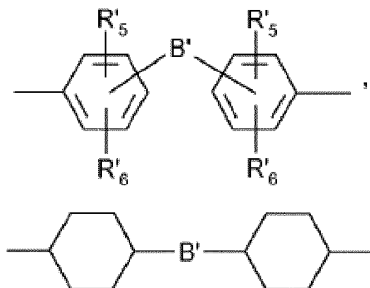


15

en las que los índices son números enteros y n' es 2, 3 o 4; p' es 1 o 2; q' es 2 o 3; r' es 4 a 12; y' es 1, 2 o 3; y z' es 1 a 6;

A', si n' es 2, es alquileo C<sub>2</sub>-C<sub>18</sub>; alquileo C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub> interrumpido por oxígeno, azufre o -NR'<sub>4</sub>; un radical de fórmula

5

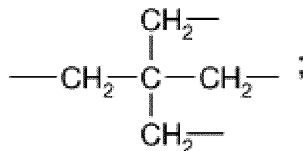


o fenileno;

A', si n' es 3, es un radical de fórmula -C<sub>r</sub>H<sub>2r-1</sub>;

A', si n' es 4, es

10



A'' tiene el significado de A' si n' es 2;

B' es un enlace directo, -CH<sub>2</sub>-, CHR'<sub>4</sub>-, -CR'<sub>1</sub>R'<sub>4</sub>-, azufre o cicloalquilideno C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>, o ciclohexilideno sustituido con de 1 a 4 radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> en la posición 3, 4 y/o 5;

D', si p' es 1, es metilo y, si p' es 2, es -CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>-;

15

E', si y' es 1, es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>, -OR'<sub>1</sub> o halógeno;

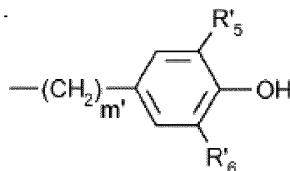
E', si y' es 2, es -O-A''-O-,

E', si y' es 3, es un radical de fórmula R'<sub>4</sub>C(CH<sub>2</sub>O-)<sub>3</sub> o N(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O-)<sub>3</sub>;

Q' es el radical de al menos un alcohol o fenol de valencia z', estando este radical unido mediante el átomo de oxígeno al átomo de fósforo;

20

R'<sub>1</sub>, R'<sub>2</sub> y R'<sub>3</sub> son, independientemente entre sí, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub> sin sustituir o sustituido con halógeno, -COOR'<sub>4</sub>, -CN- o -CONR'<sub>4</sub>R'<sub>4</sub>-; alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>18</sub> interrumpido por oxígeno, azufre o -NR'<sub>4</sub>-; fenilalquilo C<sub>7</sub>-C<sub>9</sub>; cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>, fenilo o naftilo; naftilo o fenilo sustituido con halógeno, 1 a 3 radicales alquilo o radicales alcoxi que tienen en total 1 a 18 átomos de carbono o por fenilalquilo C<sub>7</sub>-C<sub>9</sub>; o son un radical de fórmula



25

en la que m' es un número entero del intervalo 3 a 6;

R'<sub>4</sub> es hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>, cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub> o fenilalquilo C<sub>7</sub>-C<sub>9</sub>,

R'<sub>5</sub> y R'<sub>6</sub> son, independientemente entre sí, hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> o cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub>,

R'<sub>7</sub> y R'<sub>8</sub>, si q' es 2, son, independientemente entre sí, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o juntos son un radical de 2,3-dehidropentametileno; y

30

R'<sub>7</sub> y R'<sub>8</sub>, si q' es 3, son metilo;

R'<sub>14</sub> es hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>9</sub> o ciclohexilo,

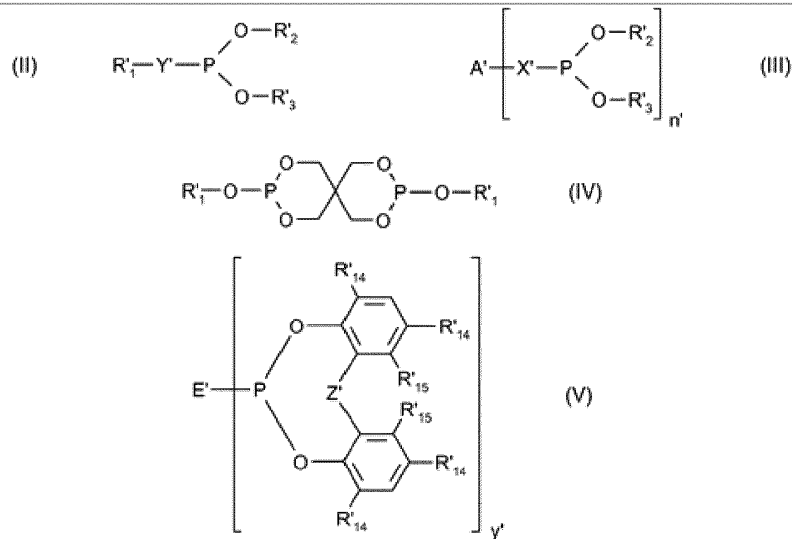
R'<sub>15</sub> es hidrógeno o metilo y, si dos o más radicales R'<sub>14</sub> y R'<sub>15</sub> están presentes, estos radicales son idénticos o diferentes,

X' y Y' son cada uno un enlace directo o oxígeno,

Z' es un enlace directo, metileno, -C(R'<sub>16</sub>)<sub>2</sub>- o azufre, y

5 R'<sub>16</sub> es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>.

Preferentemente, el estabilizador de procesamiento, el componente (C), es un compuesto de fórmula II, III, IV o V



10 en la que n' es el número 2 y y' es el número 1, 2 o 3;

A' es alquileno C<sub>2</sub>-C<sub>18</sub>, p-fenileno o p-bifenileno,

E', si y' es 1, es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>, -OR'<sub>1</sub> o flúor;

E', si y' es 2, es p-bifenileno,

E' si y' es 3, es N(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>,

15 R'<sub>1</sub>, R'<sub>2</sub> y R'<sub>3</sub> son, independientemente entre sí, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>, fenilalquilo C<sub>7</sub>-C<sub>9</sub>, ciclohexilo, fenilo, o fenilo sustituido con 1 a 3 radicales alquilo que tienen en total 1 a 18 átomos de carbono;

R'<sub>14</sub> es hidrógeno o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>9</sub>,

R'<sub>15</sub> es hidrógeno o metilo;

X' es un enlace directo,

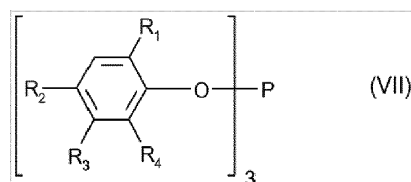
20 Y' es oxígeno,

Z' es un enlace directo o -CH(R'<sub>16</sub>)-, y

R'<sub>16</sub> es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>.

Se da preferencia particular como componente (C) a fosfito o fosfonito de fórmula II, III o V.

Se da preferencia especial como componente (C) a al menos un compuesto de fórmula VII



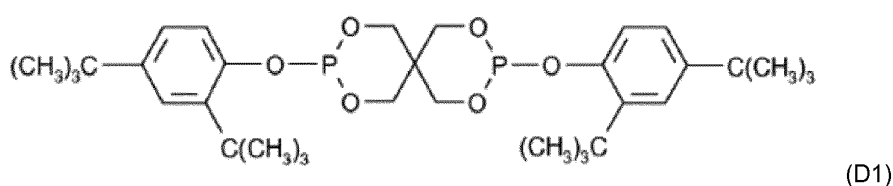
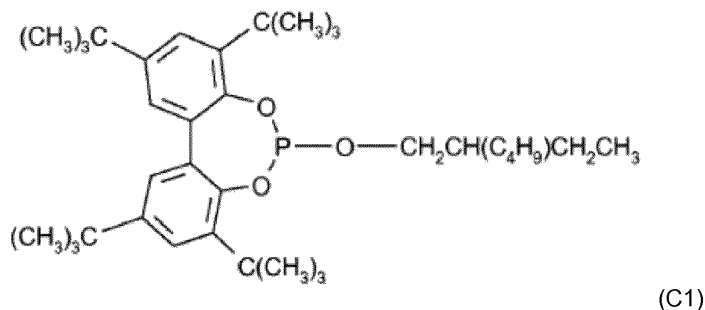
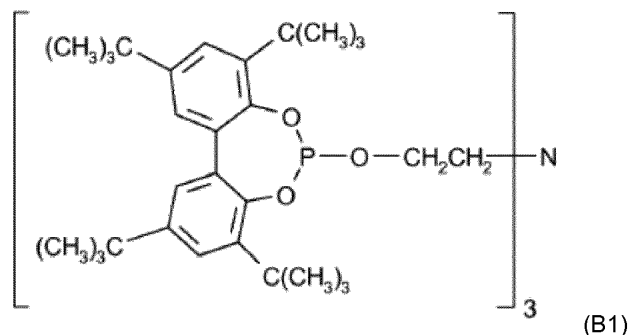
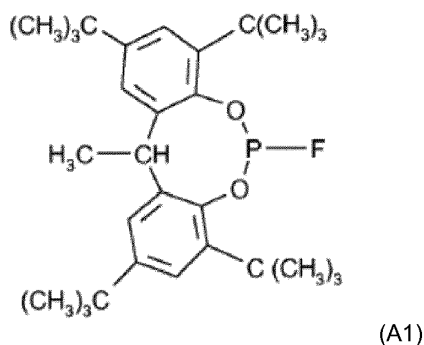
25 en la que

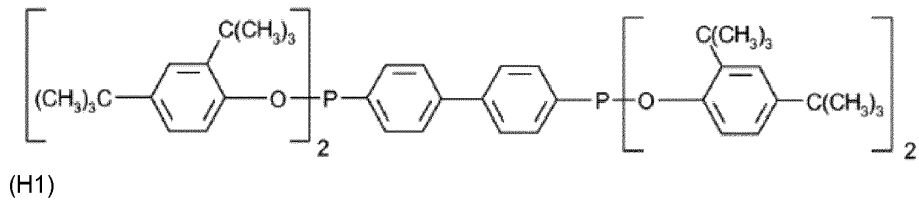
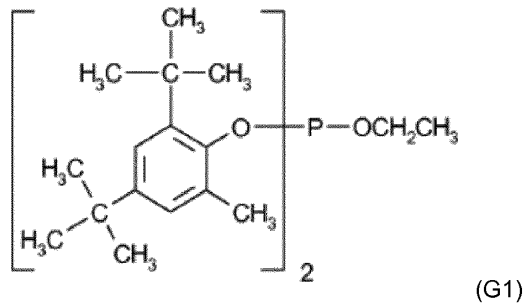
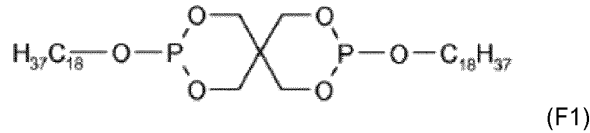
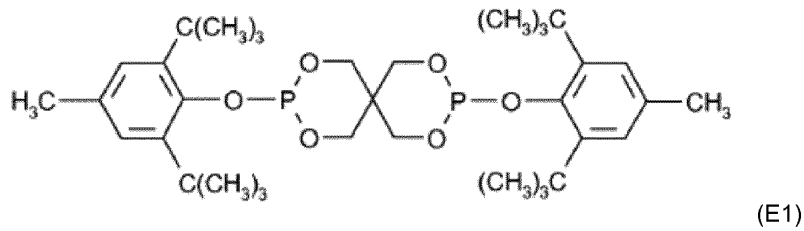
R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son, independientemente entre sí, hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, ciclohexilo o fenilo, y

R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> son, independientemente entre sí, hidrógeno o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>.

Los siguientes compuestos son ejemplos de fosfitos y fosfonitos orgánicos que son particularmente adecuados como componente (C) en las composiciones.

- 5 Fosfito de trifenilo, alquifosfitos de difenilo, dialquifosfitos de fenilo, fosfito de tris(nonilfenilo), fosfito de trilaurilo, fosfito de trioctadecilo, difosfito de diestearilpentaeritritol, fosfito de tris(2,4-di-terc-butilfenilo) (Irgafos<sup>®</sup> 168, Ciba Specialty Chemicals Inc.), difosfito de diisodocilpentaeritritol, difosfito de bis(2,4-di-terc-butilfenil)pentaeritritol (fórmula D1), difosfito de bis(2,6-di-terc-butil-4-metilfenil)pentaeritritol (fórmula E1), difosfito de bisisodociloxipentaeritritol, difosfito de bis(2,4-di-terc-butil-6-metilfenil)pentaeritritol, difosfito de bis(2,4,6-tri-terc-butilfenil)pentaeritritol, trifosfito de triestearilsorbitol, 4,4'-bifenilenedifosfonito de tetraquis(2,4-di-terc-butilfenilo) (Irgafos<sup>®</sup> P-EPQ, Ciba Specialty Chemicals Inc., fórmula H1), 6-isooctiloxi-2,4,8,10-tetra-terc-butil-12H-dibenzo[d,g]-1,3,2-dioxafosfocina (fórmula C1), 6-fluoro-2,4,8,10-tetra-terc-butil-12-metildibenzo[d,g]-1,3,2-dioxafosfocina (fórmula A1), fosfito de bis(2,4-di-terc-butil-6-metilfenil)metilo, fosfito de bis(2,4-di-terc-butil-6-metilfenil)etilo (fórmula G1).
- 10
- 15 Se da preferencia particular al uso de los siguientes fosfitos y fosfonitos: fosfito de tris(2,4-di-terc-butilfenilo) (Irgafos<sup>®</sup>168, Ciba Specialty Chemicals Inc.), fosfito de tris(nonilfenilo),

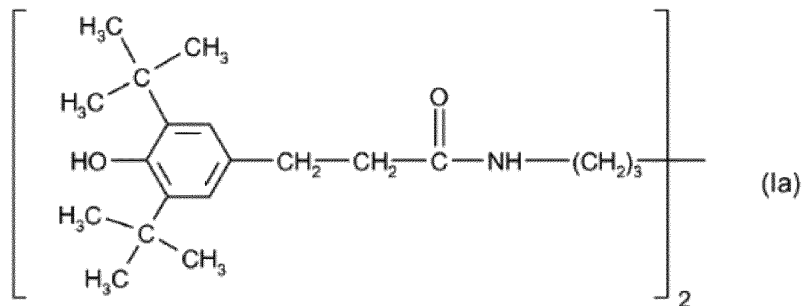


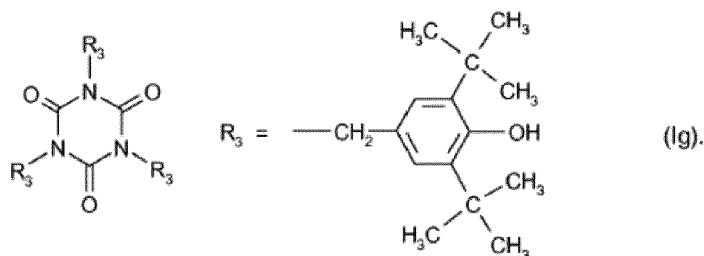
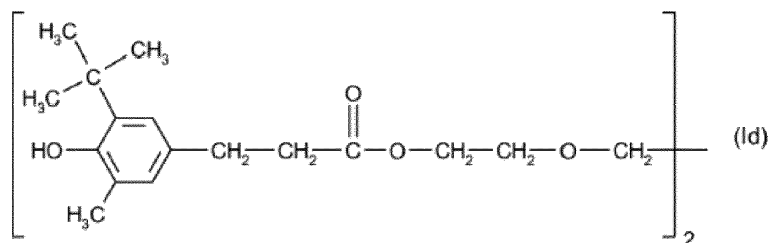
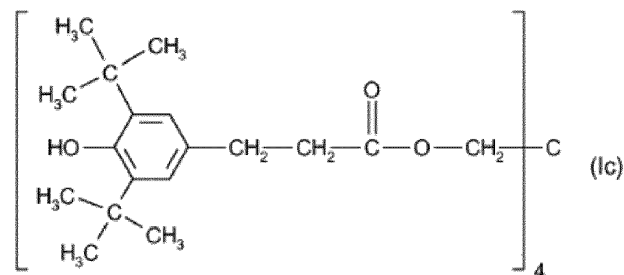
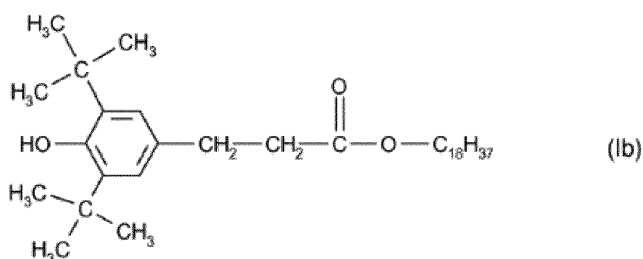


- 5 Se da preferencia muy particular al fosfito de tris(2,4-di-terc-butilfenilo) [Irgafos<sup>®</sup>168, Ciba Inc.], fosfito de bis(2,4-di-terc-butil-6-metilfenil)etilo [Irgafos<sup>®</sup> 38, Ciba Inc., fórmula (G1)], difosfito de bis(2,4-di-terc-butilfenil)pentaeritrol [Irgafos<sup>®</sup>126, Ciba Inc., fórmula (D1)] o difosfonito de tetraquis(2,4-di-terc-butilfenil)-4,4'-bi-fenileno [Irgafos<sup>®</sup> P-EPQ, Ciba Inc., fórmula (H1)].

10 Los fosfitos y fosfonitos orgánicos anteriormente mencionados son compuestos conocidos; muchos de ellos están comercialmente disponibles.

Son de interés muy especial las composiciones en las que el componente (C) es fosfito de tris(2,4-di-terc-butilfenilo), fosfito de bis(2,4-di-terc-butil-6-metilfenil)etilo, difosfito de bis(2,4-di-terc-butilfenil)pentaeritrol, 4,4'-bifenilendifosfonito de tetraquis(2,4-di-terc-butilfenilo), y/o un compuesto de fórmula Ia, Ib, Ic, Id o Ig





5 Preferentemente, el antioxidante fenólico y/o estabilizador de procesamiento, el componente (C), está presente en la composición en una cantidad del 0,01 al 5 % en peso, preferentemente 0,02 al 2 % en peso, 0,03 al 1 % en peso, 0,05 al 0,5 % en peso o 0,1 al 0,3 % en peso, basado en la composición total.

10 La composición de la invención puede comprender como componente (C) solo el oxidante fenólico, solo el estabilizador de procesamiento o ambos, el oxidante fenólico y el estabilizador de procesamiento. Cuando un antioxidante fenólico y un estabilizador de procesamiento están ambos presentes en la composición, las cantidades anteriormente dadas indican la suma de ambos. Normalmente, la relación de peso entre el antioxidante fenólico y el estabilizador de procesamiento es de 1:10 a 10:1, preferentemente de 1:5 a 5:1.

15 Preferentemente, el antioxidante fenólico, el componente (C), está presente en la composición en una cantidad del 0,01 al 5 % en peso, preferentemente 0,02 al 2 % en peso, 0,03 al 1 % en peso, 0,05 al 0,5 % en peso o 0,1 al 0,3 % en peso, basado en la composición total.

20 En una realización especial, la invención se refiere a un proceso de la invención, en el que el talco modificado en la superficie se prepara mezclando un talco con una sustancia polar, preferentemente etileno-bis-estearamida. Esto puede hacerse fuera de línea (es decir, antes de mezclar el fundido del copolímero de propileno heterofásico con el talco y un antioxidante fenólico y/o un estabilizador de procesamiento) o el talco modificado en la superficie puede prepararse *in situ* (es decir, añadiendo la sustancia polar junto con el talco en la etapa de mezcla del fundido). Preferentemente, la preparación del talco modificado en la superficie se hace *in situ*. Esto se hace posible por el hecho de que una pequeña cantidad de talco se usa en el proceso según la invención. Esto es ventajoso porque el proceso es eficiente y rentable. Por consiguiente, en algunas realizaciones preferidas de la invención, el talco modificado en la superficie se añade como un talco y una sustancia polar.

25 Sin desear quedar ligado por teoría, se cree que mezclando el talco con una sustancia polar, el talco puede 'recubrirse' *in situ*.

Ejemplos de las sustancias polares son como se describen en el presente documento. Preferentemente, la mezcla del talco se hace con etileno-bis-estearamida (también denominado EBS o EBA).

Puede añadirse un peróxido con el fin de aumentar el índice de flujo del fundido de la composición de la presente invención.

- 5 Preferentemente, la composición que se prepara por el proceso de la invención tiene un índice de flujo del fundido en el intervalo de 1 a 200 dg/min como se mide según ISO1133 (2,16 kg/230 °C). Por ejemplo, el índice de flujo del fundido es al menos 1, por ejemplo, al menos 5 o por ejemplo, al menos 14 dg/min y/o, por ejemplo, como máximo 200 dg/min, por ejemplo, como máximo 80 dg/min o, por ejemplo, al menos 20 dg/min como se mide según ISO1133 (2,16 kg/230 °C). Preferentemente, el índice de flujo del fundido de la composición que se prepara por el proceso de la invención está en el intervalo de 5 a 80 dg/min, por ejemplo, en el intervalo de 14 a 20 dg/min como se mide según ISO1133 (2,16 kg/230 °C).

15 Ejemplos de peróxidos adecuados incluyen peróxidos orgánicos que tienen una semivida de descomposición de menos de 1 minuto a la temperatura de proceso promedio durante la mezcla del fundido de copolímero de propileno heterofásico con el talco y el peróxido. Peróxidos orgánicos adecuados incluyen, pero no se limitan a, peróxidos de dialquilo, por ejemplo, peróxidos de dicumilo, peroxicetales, peroxicarbonatos, peróxidos de diacilo, peroxiésteres y peroxidicarbonatos. Ejemplos específicos de éstos incluyen peróxido de benzoílo, peróxido de diclorobenzoílo, peróxido de dicumilo, peróxido de di-terc-butilo, 2,5-dimetil-2,5-di(peroxibenzoato)-3-hexeno, 1,4-bis(terc-butilperoxiisopropil)benceno, peróxido de lauroílo, peracetato de terc-butilo,  $\alpha,\alpha'$ -bis(terc-butilperoxi)diisopropilbenceno (Luperco® 802), 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)-3-hexeno, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)-hexano, perbenzoato de terc-butilo, perfenilacetato de terc-butilo, per-sec-octoato de terc-butilo, perpivalato de terc-butilo, perpivalato de cumilo, hidroperóxido de cumeno, hidroperóxido de diisopropilbenceno, 1,3-bis(t-butilperoxi-isopropil)benceno, peróxido de dicumilo, carbonato de terc-butilperoxi-isopropilo y cualquier combinación de los mismos. Preferentemente, se emplea un peróxido de dialquilo en el proceso según la presente invención. Más preferentemente, el peróxido es  $\alpha,\alpha'$ -bis(terc-butilperoxi)diisopropilbenceno, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)-hexano o 3,6,9-trietil-3,6,9-trimetil-1,4,7-triperoxonano.

25 Preferentemente, el peróxido está seleccionado del grupo de peróxidos no aromáticos.

Puede determinarse fácilmente por el experto en la materia mediante experimentación rutinaria cuánto peróxido debe usarse para obtener una composición que tenga el índice de flujo del fundido deseado. Esto también depende de la semivida del peróxido y de las condiciones usadas para la mezcla del fundido, que a su vez dependen de la composición exacta del copolímero de propileno heterofásico.

30 Normalmente, la cantidad de peróxido usada se encontrará en el intervalo del 0,02 al 0,5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico.

En otro aspecto, la invención se refiere a una composición obtenida u obtenible por el proceso de la invención.

35 La invención proporciona una composición que tiene una buena estabilidad termooxidativa. La estabilidad termooxidativa de la composición puede medirse, por ejemplo, por el tiempo hasta la fragilidad.

40 El tiempo hasta la fragilidad se define como el tiempo al que el 5 % de la superficie total de 24 muestras moldeadas por inyección que tienen cada una una dimensión de 65\*12,7\*3,2 mm se decolora después de someter las muestras a un envejecimiento en horno a 150 °C bajo un flujo de aire. Para evitar dudas, la superficie total significa las superficies en los seis lados de las 24 muestras. Durante la degradación, las muestras de polímero moldeadas por inyección se decoloran/degradan heterogéneamente y posteriormente se vuelven frágil. El experto sabe cómo determinar la aparición de decoloración y el área de las porciones decoloradas. La aparición de decoloración se determina por la inspección visual de las muestras. Se suma el área de las porciones decoloradas de las muestras para determinar si ha alcanzado el 5 % del área total de las superficies de las muestras.

45 La composición según la invención tiene preferentemente un tiempo hasta la fragilidad de al menos 500 horas, más preferentemente al menos 600 horas, más preferentemente al menos 700 horas, más preferentemente al menos 800 horas, más preferentemente al menos 850 horas. Por consiguiente, la invención proporciona una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco,

en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz basada en propileno

50 en la que la matriz basada en propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- $\alpha$ -olefina que consiste en al menos el 70 % en peso de propileno y hasta el 30 % en peso de  $\alpha$ -olefina, por ejemplo, etileno, basado en el peso total de la matriz basada en propileno

en la que la matriz basada en propileno está presente en una cantidad del 60 al 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y (b) un copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso,



en la que el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso está presente en una cantidad del 40 al 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz basada en propileno y la cantidad total del copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es del 100 % en peso,

5 en la que al menos parte del talco está modificado en la superficie y en la que la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente el 0,5 a como máximo el 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

10 en la que la composición tiene un tiempo hasta la fragilidad de al menos 500 horas, en la que el tiempo hasta la fragilidad es el tiempo al que el 5 % de la superficie total de 24 muestras moldeadas por inyección de la composición que tienen cada una una dimensión de 65\*12,7\*3,2 mm se decolora después de someter la muestra a un envejecimiento en horno a 150 °C bajo un flujo de aire.

15 En otra realización, la invención se refiere a una composición que comprende una baja cantidad de un antioxidante fenólico y sus productos de degradación. El antioxidante fenólico puede ser el antioxidante fenólico mencionado para el componente (C). Por ejemplo, el antioxidante fenólico puede ser el compuesto (Ic) y los productos de degradación pueden ser el compuesto (Ic) del que se eliminan uno o más grupos t-butilo y un producto parcialmente hidrolizado del compuesto (Ic). Los productos de degradación de antioxidantes fenólicos son conocidos por el experto y se describen, por ejemplo, en Polymer Degradation and Stability 95 (2010) 740-745.

20 Preferentemente, la cantidad de antioxidante fenólico y sus productos de degradación es inferior a 100 ppm, más preferentemente inferior a 75 ppm, y más preferentemente inferior a 50 ppm basado en la composición total. La baja cantidad de antioxidante fenólico y sus productos de degradación es favorable para el rendimiento organoléptico y niveles de emisión más bajos.

25 Para la determinación de la cantidad de antioxidante fenólico y sus productos de degradación, puede realizarse una extracción Soxhlet en la composición según la invención durante 48 horas usando cloroformo como líquido de extracción. La cantidad de antioxidante fenólico y sus productos de degradación puede medirse con CL-UV-EM (cromatografía de líquidos-ultravioleta-espectrometría de masas) y CL-DAD/QTOF.

Por consiguiente, la invención proporciona una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco,

en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz basada en propileno

30 en la que la matriz basada en propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- $\alpha$ -olefina que consiste en al menos el 70 % en peso de propileno y hasta el 30 % en peso de  $\alpha$ -olefina, por ejemplo, etileno, basado en el peso total de la matriz basada en propileno

en la que la matriz basada en propileno está presente en una cantidad del 60 al 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y

35 (b) un copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso,

en la que el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso está presente en una cantidad del 40 al 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz basada en propileno y la cantidad total del copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es del 100 % en peso,

40 en la que al menos parte del talco está modificado en la superficie y en la que la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente el 0,5 a como máximo el 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico y

en la que la composición comprende un antioxidante fenólico y sus productos de degradación a una cantidad inferior a 100 ppm basada en la composición total.

45 La cantidad de antioxidante fenólico y sus productos de degradación puede medirse con CL-UV-EM y CL-DAD/QTOF en extractos de una extracción Soxhlet realizada en la composición según la invención durante 48 horas usando cloroformo como líquido de extracción.

Los productos de degradación pueden ser el compuesto (Ic) del que se eliminan uno o más grupos t-butilo.

En una realización particularmente preferida, la invención se refiere a

50 una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco, en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz basada en propileno

en la que la matriz basada en propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- $\alpha$ -olefina que consiste en al menos el 70 % en peso de propileno y hasta el 30 % en peso de  $\alpha$ -olefina, por ejemplo, etileno, basado en el peso total de la matriz basada en propileno

5 en la que la matriz basada en propileno está presente en una cantidad del 60 al 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y

(b) un copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso,

10 en la que el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso está presente en una cantidad del 40 al 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz basada en propileno y la cantidad total del copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es del 100 % en peso,

en la que al menos parte del talco está modificado en la superficie y en la que la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente el 0,5 a como máximo el 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

15 en la que la composición tiene un tiempo hasta la fragilidad de al menos 500 horas, en la que el tiempo hasta la fragilidad es el tiempo al que el 5 % de la superficie total de 24 muestras moldeadas por inyección de la composición que tienen cada una una dimensión de 65\*12,7\*3,2 mm se decolora después de someter la muestra a un envejecimiento en horno a 150 °C bajo un flujo de aire y en la que la composición comprende un antioxidante fenólico y sus productos de degradación en una cantidad inferior a 100 ppm basada en la composición total.

20 Preferentemente, la composición según la invención tiene un módulo de flexión de al menos 1400 MPa como se determina según ASTM D790-10, más preferentemente al menos 1500 MPa, más preferentemente al menos 1600 MPa y más preferentemente al menos 1700 MPa. La composición según la invención combina ventajosamente un buen módulo de flexión con una buena estabilidad termooxidativa y/o un bajo nivel de productos de degradación que puede afectar el rendimiento organoléptico y los niveles de emisión.

25 Las composiciones de la invención pueden comprender además aditivos. Por ejemplo, las composiciones pueden contener además agentes de nucleación, clarificadores, agentes de liberación, pigmentos, colorantes, plastificantes, antioxidantes, antiestáticos, agentes de resistencia al rayado, cargas de alto rendimiento, modificadores del impacto, retardantes de la llama, agentes de expansión, aditivos de reciclado, agentes de acoplamiento, antimicrobianos, aditivos anti-vaho, aditivos de deslizamiento, aditivos antibloqueo, adyuvantes de procesamiento de polímeros tales como lubricantes y similares, etc., modificadores de la tensión superficial, co-agentes, por ejemplo, dimetacrilato de 1,4-butanodiol (BDDMA), acrilato o metacrilato; componentes que potencian la unión interfacial entre el polímero y el talco, por ejemplo, polipropileno con maleato, etc. Tales aditivos son muy conocidos en la técnica. El experto puede seleccionar fácilmente cualquier combinación adecuada de aditivos y cantidades de aditivo sin excesiva experimentación.

30 La cantidad de aditivos depende de su tipo y función. Normalmente, sus cantidades serán del 0 al 30 % en peso, por ejemplo, del 0 al 20 % en peso, por ejemplo, del 0 al 10 % en peso o del 0 al 5 % en peso basado en la composición total.

35 La suma de todos los componentes añadidos en el proceso de la invención para formar la composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco debe sumar el 100 % en peso. Preferentemente, el total de los componentes (A), (B) y (C) es al menos el 70 % en peso, al menos el 80 % en peso, al menos el 90 % en peso, al menos el 95 % en peso, al menos el 97 % en peso, al menos el 98 % en peso, al menos el 99 % en peso, al menos el 99,5 % en peso, al menos el 99,9 % en peso o el 100 % en peso de la composición total.

40 Algunos o todos los componentes pueden premezclarse con el polipropileno heterofásico, antes de mezclar el fundido del polipropileno heterofásico con el talco, o pueden añadirse a la etapa de mezcla del fundido a). En caso de que la mezcla del fundido se produzca en la prensa extrusora, los componentes pueden añadirse en cualquier orden y por cualquier medio convencional, por ejemplo, en el mismo sitio o sitios diferentes de la prensa extrusora.

45 En otro aspecto, la invención se refiere al uso de las composiciones de la invención en moldeo por inyección, moldeo por soplado, moldeo por extrusión, moldeo por compresión, moldeo por inyección de paredes delgadas, etc., por ejemplo, en aplicaciones en contacto con alimentos.

50 En otro aspecto más, la invención se refiere a un artículo moldeado que comprende la composición de la invención.

La composición de la invención puede transformarse en artículos (semi)-acabados moldeados usando una variedad de técnicas de procesamiento. Ejemplos de técnicas de procesamiento adecuadas incluyen moldeo por inyección, moldeo por inyección-compresión, moldeo por inyección de paredes delgadas, extrusión y moldeo por extrusión-

compresión. El moldeo por inyección se usa ampliamente para producir artículos tales como, por ejemplo, tapas y cierres, baterías, cubos, contenedores, piezas exteriores automotrices como parachoques, piezas interiores automotrices como paneles de instrumentos, o piezas automotrices debajo del capó. La extrusión se usa ampliamente, por ejemplo, para producir artículos, tales como barras, hojas, películas y tuberías. El moldeo por inyección de paredes delgadas puede usarse, por ejemplo, para hacer envases de paredes delgadas.

Aunque la invención se ha descrito en detalle para fines de ilustración, se entiende que tal detalle es únicamente para ese fin y pueden hacerse variaciones en ella por aquellos expertos en la materia sin apartarse del espíritu y alcance de la invención como se define en las reivindicaciones.

Se indica además que la invención se refiere a todas las posibles combinaciones de características descritas en el presente documento, son en particular preferidas aquellas combinaciones de características que están presentes en las reivindicaciones.

Se indica además que el término 'que comprende' no excluye la presencia de otros elementos. Sin embargo, también debe entenderse que una descripción de un producto que comprende ciertos componentes también desvela un producto que consiste en estos componentes. Similarmente, también debe entenderse que una descripción de un proceso que comprende ciertas etapas también desvela un proceso que consiste en estas etapas.

La invención se dilucida ahora a modo de los siguientes ejemplos, sin, sin embargo, estar limitada a éstos.

#### Ejemplos

##### Métodos de medición

Para el fin de la presente invención, se determinaron los tiempos de fragilidad de las muestras (65\*12,7\*3,2 mm) durante el envejecimiento en horno a 150 °C por evaluación visual con, como criterio de degradación, el tiempo hasta que se decoloró el 5 % de la superficie de la muestra. Este tiempo se definió como el punto frágil.

Para el fin de la presente invención, se separaron los antioxidantes fenólicos y sus productos de degradación de la composición de polímero por medio de una extracción Soxhlet, durante 48 horas con cloroformo como líquido de extracción. Los estabilizadores se cuantificaron y se identificaron con CL-UV-EM y CL-DAD/QTOF. Usando esta técnica, la muestra se separó cromatográficamente y se registraron UV y las masas exactas (modo positivo y negativo). Basándose en las masas exactas y las relaciones de isótopos se determinaron las composiciones elementales de picos, que muestran una respuesta a UV significativa como era de esperar para aditivos fenólicos. Basándose en la composición elemental se hicieron propuestas de estructura.

Para el fin de la presente invención, la rigidez se determina midiendo el módulo de flexión según ASTM D790-10. El módulo de flexión se determinó en especímenes de 3,2 mm de espesor según ISO37/2, orientación perpendicular.

Para el fin de la presente invención, la resistencia al impacto se determina midiendo la resistencia al impacto Izod a 23 °C según ISO 180 4A, geometría de prueba: 65\*12,7\*3,2 mm, grado 45° según ISO 37/2, orientación perpendicular.

Para el fin de la presente invención, el flujo se determina midiendo la velocidad de flujo del fundido, también llamado índice de flujo del fundido o índice de fusión según ISO1133 (2,16 kg/230 °C).

##### Método

Se prepararon varias muestras usando un material de partida que tenía un índice de flujo del fundido (MFI) de 5,3. Este material es un copolímero de propileno heterofásico que tiene una matriz de polímero de propileno en el que la matriz basada en propileno (en este caso un homopolímero de propileno) está presente en una cantidad del 84 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y el 16 % en peso de un copolímero de etileno-propileno que consiste en 58 % en peso de etileno.

El copolímero de propileno heterofásico (8,0-8,4 kg) se extruyó en una prensa extrusora ZE21 de doble husillo con 50.000 ppm de talco. La formulación de estos materiales contuvo además 500 ppm del adyuvante de procesamiento estearato de calcio y diferentes cantidades del estabilizador Irganox B225 (1:1 de Irganox 1010 (antioxidante fenólico) e Irgafos 168 (estabilizador de procesamiento)). Se mezclaron el talco, estearato de calcio e Irganox B225 con el copolímero heterofásico antes de dosificarlo a la tolva de la prensa extrusora. La suma del copolímero de propileno heterofásico, talco, estearato de calcio y el estabilizador es el 100 %.

El perfil de temperatura en la prensa extrusora fue 20-20-30-50-100-170-220-220-240 °C, a una producción de 2,5 kg/h a 300 rpm.

Las composiciones se diferenciaron en el tipo de talco y la concentración de estabilizadores usados. Los diferentes tipos de talco fueron Steamic OOS D G (talco 1 recubierto en la superficie), Steamic T1DF (talco 2 recubierto en la superficie) y Steamic T1 CF, que es el equivalente sin recubrir de Steamic T1DF. Todos los talcos se compraron de Imerys Luzenac.

Ejemplo 1

Determinación del tiempo hasta la fragilidad (horas) de composiciones con diferentes talcos

5 La capacidad para resistir al estrés termooxidativo en aplicaciones durante un tiempo suficientemente largo se determina tradicionalmente usando el envejecimiento en horno. Se usó un horno de circulación forzada de aire para el envejecimiento térmico (artificial) proporcionado por Vötsch Industrietechnik, más específicamente el modelo NTU 60/60 y provisto de un medidor de flujo de aire calibrado (150 cambios de aire por hora). Se envejecieron veinticuatro barras moldeadas por inyección (65\*12,7\*3,2 mm) por formulación a 150 °C. Durante la degradación, las muestras de polímero moldeado por inyección se decoloran/degradan heterogéneamente y posteriormente se vuelven frágiles. Como criterio de degradación se usó el tiempo hasta que se decolora/degrada el 5 % de la superficie total de la muestra de 24 muestras. Este tiempo se define como el punto frágil.

Tabla 1. Tiempos de fragilidad para composiciones de polímero rellenas de talco

Muestra N.º	Tipo de talco	Concentración de Irganox B225 (% en peso)	Tiempo hasta la fragilidad (horas)
1	Sin talco	0,2	901
2	Talco 1 recubierto	0,2	949
3	Talco 2 recubierto	0,2	901
A	Talco sin recubrir	0,2	459

Conclusión 1

15 Como puede apreciarse de los resultados en la Tabla 1, el tiempo de fragilidad que se observa durante la prueba de estabilidad térmica a largo plazo es considerablemente más bajo para la muestra A comparativa que para las composiciones de la invención (que usan un talco recubierto) en el que el tiempo de fragilidad es comparable a la situación donde no se usa talco.

Ejemplo 2

20 Determinación de la concentración de estabilizador de composiciones rellenas de talco que alcanzan los tiempos de fragilidad de composiciones no rellenas de talco

La Tabla 2 muestra la concentración de estabilizador necesaria en las composiciones rellenas de talco para obtener un tiempo de fragilidad idéntico como se define para las composiciones no rellenas de talco.

Tabla 2. Tiempos de fragilidad para composiciones de polímero rellenas y no rellenas de talco

Muestra N.º	Tipo de talco	Concentración de Irganox B225 (% en peso)	Tiempo hasta la fragilidad (horas)
1	Sin talco	0,2	901
2	Talco 1 recubierto	0,2	949
3	Talco 2 recubierto	0,2	901
A	Talco sin recubrir	0,2	459
B	Talco sin recubrir	0,4	901

25 Conclusión 2

Como puede apreciarse de los resultados en la Tabla 2, la concentración de estabilizador que se necesita para igualar la estabilidad al calor a largo plazo de composiciones no rellenas de talco es considerablemente más alta para la muestra B comparativa que para las composiciones de la invención (que usan un talco recubierto).

Ejemplo 3.

Determinación de la cantidad de productos de degradación de antioxidante fenólico

También se determinó la cantidad del antioxidante fenólico y sus productos de degradación de las composiciones usando el método descrito anteriormente. Los resultados se presentan en la Tabla 4 a continuación.

5 Tabla 3. Cantidad de productos de degradación fenólicos

Muestra N.º	Tipo de talco	Irganox 1010 [mg/kg]	Irganox 1010 y sus productos de degradación después del envejecimiento [mg/kg]
1	Sin talco	1000	<10
2	Talco 1 recubierto	1000	20
3	Talco 2 recubierto	1000	<10
A	Talco sin recubrir	1000	430

Conclusión 3

10 Como puede apreciarse de la Tabla 3, la cantidad del antioxidante fenólico y sus productos de degradación después de la etapa de procesamiento en las composiciones de la invención es considerablemente más baja que en la composición de la muestra A comparativa. Se cree que una cantidad más baja del antioxidante fenólico y sus productos de degradación es favorable para el rendimiento organoléptico y niveles de emisión más bajos.

Ejemplo 4. Determinación del tiempo hasta la fragilidad (horas) durante el envejecimiento en horno de composiciones rellenas de talco con elevadas concentraciones de estabilizador

Tabla 4. Tiempos de fragilidad para composiciones de polímero rellenas de talco

Muestra N.º	Tipo de talco	Concentración de Irganox B225 (% en peso)	Tiempo hasta la fragilidad (horas)
4	Talco 1 recubierto	0,4	1539
5	Talco 2 recubierto	0,4	1470
B	Talco sin recubrir	0,4	901

15 Conclusión 4

20 Como puede apreciarse de los resultados en la Tabla 4, incluso en el caso de que se hayan aumentado todas las provisiones de estabilizador, el tiempo de fragilidad que se observa durante la prueba de estabilidad a largo plazo es considerablemente más bajo para la muestra B comparativa que para las composiciones de la invención (que usan un talco recubierto). Misma tendencia que la observada en el Ejemplo 1.

Ejemplo 5.

Determinación de las propiedades mecánicas

También se midieron el impacto Izod y el módulo de flexión a 23 °C. Los resultados se presentan en la Tabla 5.

25 Tabla 5. Impacto Izod y módulo de flexión de la composición de copolímero de propileno heterofásico que tiene un MFI de 6,2 dg/min, usando diferentes talcos.

Muestra N.º	Tipo de talco	Concentración de Irganox B225 (% en peso)	Impacto (kJ/m <sup>2</sup> )	Módulo (MPa)
1	Sin talco	0,2	9,9	1344
2	Talco 1 recubierto	0,2	9,7	1764
3	Talco 2 recubierto	0,2	9,6	1742
A	Talco sin recubrir	0,2	9,7	1777

Conclusión 5

Como puede apreciarse de los resultados en la Tabla 5, aún cuando se usaron talcos recubiertos en las composiciones de la invención en comparación con el uso de talco sin recubrir en la muestra A comparativa, el impacto Izod y el módulo de flexión siguen iguales.

- 5 Esto muestra que las propiedades mecánicas de la composición de la invención, aún cuando contiene un tipo de talco tratado en la superficie, siguen siendo comparables a aquellas de la composición comparable que contiene talco sin recubrir.

**REIVINDICACIONES**

1. Proceso para la preparación de una composición que comprende (A) un copolímero de propileno heterofásico, (B) talco y (C) un antioxidante fenólico y/o un estabilizador de procesamiento,

en el que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

5 (a) una matriz basada en propileno,

en el que la matriz basada en propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- $\alpha$ -olefina que consiste en al menos el 70 % en peso de propileno y hasta el 30 % en peso de etileno, basado en el peso total de la matriz basada en propileno

10 en el que la matriz basada en propileno está presente en una cantidad del 60 al 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y

(b) un copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso,

15 en el que el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso está presente en una cantidad del 40 al 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en el que la suma de la cantidad total de matriz basada en propileno y la cantidad total del copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es del 100 % en peso,

en el que al menos parte del talco está modificado en la superficie y en el que la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente el 0,5 a como máximo el 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico,

que comprende la etapa de

20 mezclar el fundido del componente (A), componente (B) y componente (C),

en el que la  $\alpha$ -olefina en el copolímero de propileno- $\alpha$ -olefina está seleccionada del grupo de  $\alpha$ -olefinas que tienen 2 o 4-10 átomos de carbono,

en el que la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina está en el intervalo del 20-65 % en peso,

25 en el que la  $\alpha$ -olefina en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina se elige del grupo de  $\alpha$ -olefinas que tienen 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas,

en el que el estabilizador de procesamiento está seleccionado de fosfitos o fosfonitos orgánicos, en el que el talco modificado en la superficie es un talco que está modificado en la superficie con una sustancia polar seleccionada del grupo de glicoles, silanos y aminas y

en el que al menos el 80 % en peso del talco en la composición está modificado en la superficie.

30 2. Proceso según la reivindicación 1, en el que la cantidad de componente (C) es 0,01 al 5 % en peso, preferentemente 0,02 al 2 % en peso, 0,03 al 1 % en peso, 0,05 al 0,5 % en peso o 0,1 al 0,3 % en peso, basado en la composición total.

3. Proceso según la reivindicación 1 o 2, en el que la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina está en el intervalo del 20-65 % en peso basado en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina.

35 4. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que la matriz basada en propileno consiste en un homopolímero de propileno.

5. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que la  $\alpha$ -olefina en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina se elige del grupo de  $\alpha$ -olefinas que tienen 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas, preferentemente propileno.

40 6. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que todo el talco usado en el proceso está modificado en la superficie.

7. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que (D) se mezcla además fundido peróxido en la etapa a) y el peróxido es preferentemente  $\alpha,\alpha'$ -bis-(terc-butilperoxi)diisopropilbenceno, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)-hexano o 3,6,9-trietil-3,6,9-trimetil-1,4,7-triperoxonano.

45 8. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que el talco modificado en la superficie se añade como un talco y una sustancia polar, en el que la sustancia polar es preferentemente etileno-bis-estearamida.

9. Composición obtenida u obtenible por el proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 1-8.

10. Composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico y talco,  
 en el que el copolímero de propileno heterofásico consiste en
- (a) una matriz basada en propileno,  
 en el que la matriz basada en propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- $\alpha$ -olefina que consiste en al menos el 70 % en peso de propileno y hasta el 30 % en peso de  $\alpha$ -olefina basado en el peso total de la matriz basada en propileno
- 5 en el que la matriz basada en propileno está presente en una cantidad del 60 al 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y
- (b) un copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso,  
 en el que el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso está presente en una cantidad del 40 al 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en el que la suma de la cantidad total de matriz basada en propileno y la cantidad total del copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es del 100 % en peso,
- 10 en el que al menos parte del talco está modificado en la superficie y en el que la cantidad de talco en la composición es de aproximadamente el 0,5 a como máximo el 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico, y
- 15 en el que la composición tiene un tiempo hasta la fragilidad de al menos 500 horas, en el que el tiempo hasta la fragilidad es el tiempo al que se decolora el 5 % de la superficie total de 24 muestras moldeadas por inyección de la composición que tienen cada una una dimensión de 65\*12,7\*3,2 mm después de someter la muestra a un envejecimiento en horno a 150 °C bajo un flujo de aire,
- 20 en el que la  $\alpha$ -olefina en el copolímero de propileno- $\alpha$ -olefina está seleccionada del grupo de  $\alpha$ -olefinas que tienen 2 o 4-10 átomos de carbono,
- en el que la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina está en el intervalo del 20-65 % en peso,
- 25 en el que la  $\alpha$ -olefina en el copolímero de etileno- $\alpha$ -olefina se elige del grupo de  $\alpha$ -olefinas que tienen 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas,
- en el que el estabilizador de procesamiento está seleccionado de fosfitos o fosfonitos orgánicos, en el que el talco modificado en la superficie es un talco que está modificado en la superficie con una sustancia polar seleccionada del grupo de glicoles, silanos y aminas y
- en el que al menos el 80 % en peso del talco en la composición está modificado en la superficie.
- 30 11. Composición según la reivindicación 9 o 10, en el que la composición comprende un antioxidante fenólico y sus productos de degradación a una cantidad inferior a 100 ppm basada en la composición total.
12. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 9-11, en el que la composición tiene un módulo de flexión de al menos 1400 MPa como se determina según ASTM D790-10.
- 35 13. Uso de las composiciones de una cualquiera de las reivindicaciones 9-12 en moldeo por inyección, moldeo por soplado, moldeo por extrusión, moldeo por compresión o moldeo por inyección de paredes delgadas, por ejemplo, en aplicaciones en contacto con alimentos.
14. Artículo moldeado que comprende la composición de una cualquiera de las reivindicaciones 9-12.