

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 623 204**

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/EP2013/069295**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **27.03.2014 WO14044682**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.09.2013 E 13762852 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.02.2017 EP 2898014**

54 Título: **Proceso para la preparación de una composición que comprende un 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:
10.07.2017

73 Titular/es:

SAUDI BASIC INDUSTRIES CORPORATION
(100.0%)
P.O. Box 5101
Riyadh 11422, SA

72 Inventor/es:

HERKLOTS, MARC

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 623 204 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 un copolímero de propileno heterofásico y talco

5 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 mediante dicho proceso y al uso de dicha composición.

10 El copolímero de propileno heterofásico, también conocido como copolímeros de propileno de impacto o copolímeros de bloque de propileno, es una clase importante de polímeros debido a su atractiva combinación de propiedades mecánicas, tales como resistencia al impacto en un amplio intervalo de temperaturas y su bajo coste. Estos copolímeros encuentran una amplia gama de aplicaciones que van desde la industria de consumo (por ejemplo embalaje y electrodomésticos), pasando por la industria automovilística hasta las aplicaciones eléctricas.

15 En la industria, existe una búsqueda continua de métodos para modificar la reología de las poliolefinas en fase líquida, en particular para reducir su viscosidad. La reducción de la viscosidad también se describe a menudo como "viscorreducción", "desplazamiento del intervalo de fusión", "modificación de la reología" o "control de la reología". Se sabe que se pueden usar peróxidos (orgánicos) para reducir la viscosidad. Existen diferentes maneras por las cuales los peróxidos (orgánicos) se comportan en procesos de degradación convencionales cuando se calientan y se funden. Por un lado, en ciertas condiciones del proceso, los peróxidos se descomponen inicialmente para producir radicales libres, los cuales a continuación extraen hidrógeno de un carbono terciario de la cadena principal de polipropileno para formar radicales libres en el polímero y los cuales además se recombinan. Por otra parte, los peróxidos inician una rotura de las cadenas más largas de las moléculas poliméricas y, posteriormente, esto da como resultado una disminución de la viscosidad del polímero, un aumento en el caudal de masa fundida y una distribución más estrecha del peso molecular, características que son directamente responsables de mejorar las propiedades de flujo del polipropileno para hacer el producto más adecuado para ciertas aplicaciones.

20 Se conoce la adición de peróxidos al copolímero de propileno heterofásico para obtener copolímeros de propileno de impacto que tienen un índice de fluidez más alto. Esto permite, por ejemplo, obtener varios copolímeros de propileno de impacto con diferentes índices de fluidez a partir de un mismo grado de base.

35 Un ejemplo de tal proceso de "desplazamiento del intervalo de fusión" se describe en el documento US2005/0277742A2. El documento US2005/0277742A1 divulga un proceso para preparar un copolímero de propileno heterofásico de reología controlada degradando un polipropileno con un peróxido de dialquilo lineal que tiene una cadena principal que contiene al menos 6 átomos de carbono y un enlace doble o triple que comprende las etapas de: o

(a) polimerizar en un reactor un copolímero de propileno heterofásico;
40 (b) extruir el copolímero de propileno heterofásico de la etapa (a), teniendo dicho peróxido de dialquilo lineal una cadena principal que contiene al menos 6 átomos de carbono y un enlace doble o triple, y opcionalmente con una o más cargas, en un extrusor, a una temperatura suficiente para mantener el copolímero en estado fundido; o
(c) extruir un (co)polímero de propileno, teniendo dicho peróxido de dialquilo lineal una cadena principal que contiene al menos 6 átomos de carbono y un enlace doble o triple, opcionalmente con uno o más modificadores elastoméricos y/o uno o más materiales de carga, en un extrusor, a una temperatura suficiente para mantener el copolímero en estado fundido.

50 Para aumentar la rigidez del copolímero de propileno heterofásico, se puede añadir talco como carga. Sin embargo, cuando la rigidez del copolímero de propileno heterofásico se incrementa con talco, se necesita más peróxido para obtener el mismo aumento en el índice fusión de un copolímero de propileno heterofásico en comparación a cuando el talco no está presente en el copolímero de propileno heterofásico. No es deseable utilizar cantidades elevadas de peróxidos, ya que altas cantidades de productos de degradación de peróxido típicos, por ejemplo metano y acetona, pueden conducir a problemas de seguridad durante el proceso de fabricación. Además, el uso de altas cantidades de peróxidos se añade al coste del polipropileno heterofásico, que no es deseado desde un punto de vista económico. Por último, pero no menos importante, el uso de altas cantidades de peróxidos conduce a altas cantidades de productos de degradación de peróxidos e impurezas en el polímero final. Estos productos de degradación de peróxido pueden liberarse durante la vida útil de la composición de copolímero de propileno heterofásico, lo cual no es deseado, ya que pueden producir olores desagradables y puede afectar a las propiedades organolépticas. También, altas cantidades de productos de degradación de peróxido hacen que el copolímero de propileno heterofásico no sea adecuado para aplicaciones de contacto con alimentos.

60 Por lo tanto, es un objeto de la invención es proporcionar una composición de polipropileno heterofásico que combine una alta rigidez con una buena resistencia al impacto y una alta fluidez, pero que no contenga una alta cantidad de productos de degradación de peróxido.

65 Este objeto se consigue mediante un proceso para la preparación de una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco,

en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz a base de propileno

en la que la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70 % en masa de propileno y hasta 30 % en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno en la que la α -olefina en el copolímero de propileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen 2 o 4 - 10 átomos de carbono, en la que la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso.

En la que la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- α -olefina está en el intervalo de 20-65 % en peso, en el que la α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de los mismos,

en la que el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100 % en peso, en la que la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C) que comprende las etapas de

(a) mezclar en estado fundido un copolímero de propileno con un talco para obtener una mezcla madre

(b) mezclar en estado fundido la mezcla madre con el copolímero de propileno heterofásico y un peróxido para obtener la composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco, en el que la cantidad de peróxido se selecciona de manera que se obtiene una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco que tiene el índice de fluidez deseado, en el que al menos una parte del talco en la composición tiene su superficie modificada y en el que la cantidad de talco en la composición es de 0,5 a 5 % en peso basado en la cantidad total del copolímero de propileno de la etapa a) y el copolímero de propileno heterofásico de la etapa b).

Se ha encontrado que con el proceso de la presente invención se puede preparar una composición de polipropileno heterofásico que combina las propiedades favorables de una alta rigidez, una buena resistencia al impacto y una fluidez elevada con una cantidad disminuida de productos de degradación de peróxido. Además, el proceso de la invención es un proceso fácil y rentable. Además, la composición de polipropileno heterofásico así preparada puede mantener sus propiedades (mecánicas).

Para el propósito de la presente invención, la rigidez se determina midiendo el módulo de flexión de acuerdo con la norma ASTM D790-10.

Para el propósito de la presente invención, la resistencia al impacto se determina midiendo la resistencia al impacto Izod a 23 °C según la norma ISO 180 4A.

Para el propósito de la presente invención, la fluidez se determina midiendo el índice de fluidez o índice de fusión de acuerdo con la norma 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- α -olefina. Los materiales poliméricos resultantes son heterofásicos, pero la morfología específica depende habitualmente del método de preparación y de la relación de monómeros.

Los copolímeros de propileno heterofásicos empleados en el proceso de acuerdo con la presente invención se pueden producir utilizando cualquier técnica convencional conocida por el experto en la materia, por ejemplo polimerización en etapas múltiples, tal como la polimerización en masa, polimerización en fase gaseosa, polimerización en suspensión, polimerización en solución o cualquier combinación de las mismas. Se puede utilizar cualquier sistema catalizador convencional, por ejemplo, Ziegler-Natta o metaloceno. Tales técnicas y catalizadores se describen, por ejemplo, en el documento WO06/010414; Polypropylene and other Polyolefins, Servan 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 a base de propileno y un copolímero de etileno- α -olefina disperso.

La matriz a base de propileno forma la fase continua en el copolímero de propileno heterofásico.

La matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70 % en masa de propileno y hasta 30 % en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, consistente en, por ejemplo, en al menos 80 % en masa de propileno y hasta 20 % en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, consistente en, por ejemplo, en al menos 90 % en masa de propileno y hasta 10 % en masa de α -olefina, por ejemplo, etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno.

Preferiblemente, la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno.

Preferiblemente, la α -olefina en el copolímero de propileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tiene 2 o 4 -10 átomos de carbono y más preferiblemente la α -olefina es etileno.

El índice de fluidez (MFI) de la matriz a base de propileno (antes de ser mezclada en la composición de la invención) puede estar en el intervalo de, por ejemplo, de 0,3 a 200 grados/min, por ejemplo de 0,3 a 80 grados medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C), por ejemplo en el intervalo de 3 a 70, por ejemplo en el intervalo de 10 a 60 grados/min, por ejemplo en el intervalo de 15 a 40 grados/min.

La matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95 % en peso, por ejemplo de 65 a 85 % en peso, por ejemplo de 70 a 85 % en peso, por ejemplo de 70 a 80 % en peso, por ejemplo de 65 a 75 % en peso o de 75 a 85 % basado en el copolímero de propileno heterofásico total.

La matriz a base de propileno es preferiblemente semicristalina, es decir, no es 100 % amorfa, ni es 100 % cristalina. Por ejemplo, la matriz a base de propileno es al menos un 40 % cristalina, por ejemplo al menos un 50 %, por ejemplo al menos un 60 % cristalina y/o por lo menos un 80 % cristalina, por ejemplo al menos 70 % cristalina. Por ejemplo, la matriz a base de propileno tiene una cristalinidad de 60 a 70 %. Para el propósito de la invención, el grado de cristalinidad de la matriz a base de propileno se mide usando la calorimetría de barrido diferencial de acuerdo con la norma ISO11357-1 e ISO11357-3 de 1997, usando una velocidad de exploración de 10 °C/min, una muestra de 5 mg y la segunda curva de calentamiento usando como patrón teórico para un material cristalino al 100 % 207,1 J/g.

Además de la matriz a base de propileno, el copolímero de propileno heterofásico también consiste en un copolímero de etileno- α -olefina disperso. El copolímero de etileno- α -olefina disperso también se denomina en la presente memoria como la "fase dispersa". La fase dispersa está embebida en el copolímero de propileno heterofásico en una forma discontinua. El tamaño de partícula de la fase dispersa está generalmente en el intervalo de 0,5 a 10 micrómetros, como puede determinarse por microscopía electrónica de transmisión (TEM).

El MFI del copolímero de etileno- α -olefina disperso (antes de ser mezclado en la composición de la invención) puede estar por ejemplo en el intervalo de 0,001 a 10 grados/min (medido según la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C)), preferiblemente en el intervalo de 0,006 a 5 grados/min.

El copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5 % en peso, por ejemplo en una cantidad de 35 a 15 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total, por ejemplo en una cantidad de al menos 20 % en peso y/o por ejemplo en una cantidad de como máximo 30 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total.

Preferiblemente, la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- α -olefina está en el intervalo de 20-65 % en peso, por ejemplo en el intervalo de 40 a 60 % en peso basado en el copolímero de etileno- α -olefina, por ejemplo la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- α -olefina es al menos 30 % en peso y/o por ejemplo como máximo 55 % en peso basado en el copolímero de etileno- α -olefina.

En el polipropileno heterofásico en la composición de la invención, la suma del peso total de la matriz a base de propileno y el peso total del copolímero de etileno- α -olefina disperso es de 100 % en peso.

La α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina se elige preferiblemente entre el grupo de α -olefinas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas, preferiblemente la α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen de 3 a 4 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas, más preferiblemente la α -olefina es propileno, en cuyo caso el copolímero de etileno- α -olefina es un copolímero de etileno-propileno. Ejemplos de α -olefinas adecuadas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono, que pueden emplearse como comonómeros de etileno para formar el copolímero de etileno- α -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 las etapas de (a) mezclar en estado fundido un copolímero de propileno con un talco para obtener una mezcla madre (b) mezclar en estado fundido la mezcla madre con el copolímero de propileno heterofásico y un peróxido para obtener la composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco.

En el proceso de la invención, un copolímero de propileno se mezcla en estado fundido con un talco para obtener una mezcla madre. La mezcla en estado fundido puede realizarse por métodos conocidos por el experto en la materia, por ejemplo utilizando un extrusor y las condiciones descritas en la presente memoria para la etapa b).

El copolímero de propileno puede ser cualquier copolímero de propileno, por ejemplo un copolímero de propileno- α -olefina, en el que la α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen 2 o 4-10 átomos de C y en el que el contenido de α -olefina es de hasta 10 % en peso basado en el copolímero de propileno; o el copolímero de propileno

puede ser un copolímero de propileno-etileno aleatorio, por ejemplo, en el que el contenido de etileno es de hasta 10 % en peso basado en el copolímero de propileno; o el copolímero de propileno puede ser un homopolímero de propileno; o el copolímero de propileno puede ser un copolímero de propileno heterofásico.

- 5 Preferiblemente, el copolímero de propileno es un copolímero de propileno heterofásico, más preferiblemente el copolímero de propileno es el mismo copolímero de propileno heterofásico que se usó en la etapa b) del proceso de la invención.

10 En una realización especial, por tanto, la invención se refiere a un proceso de acuerdo con la invención que comprende las etapas de (a) mezclar en estado fundido un copolímero de propileno heterofásico con un talco para obtener una mezcla madre (b) mezclar en estado fundido la mezcla madre con el mismo copolímero de propileno heterofásico (tal como se utiliza en la etapa a)) y un peróxido para obtener la composición que comprende el copolímero de propileno heterofásico y talco.

15 La relación en peso entre el talco y el copolímero de propileno en la mezcla madre en principio no es crítica y puede variar entre amplios intervalos.

20 En principio, la relación en peso entre el talco y el copolímero de propileno no es crítica. Preferiblemente, la relación en peso entre el talco y el copolímero de propileno en la mezcla madre es de 1:9 a 9:1, más preferiblemente de 1:3 a 9:1, por ejemplo de 1:1 a 9:1. Se prefieren altas relaciones en peso entre el talco y el copolímero de propileno en la mezcla madre, ya que esto disminuye el volumen de la mezcla madre necesaria. Un volumen elevado de mezcla madre es indeseado ya que esto hace que sea poco práctico para dosificar el copolímero de propileno heterofásico.

25 Preferiblemente, la relación en peso entre el copolímero de propileno utilizado en la etapa a), preferiblemente un copolímero de propileno heterofásico, y el copolímero de propileno heterofásico usado en la etapa b), preferiblemente el mismo copolímero de propileno heterofásico (tal como se utiliza en la etapa a) es de 1:1 a 1:20, por ejemplo de 1:5 a 1:20 o de 1:5 a 1:15 o de 1:5 a 1:10.

30 La mezcla madre puede contener el copolímero de propileno y el talco solamente, pero también puede comprender aditivos y/o sustancias polares adecuadas para la modificación superficial del talco, por ejemplo como se describe en la presente memoria, por ejemplo etilen-bis-estearamida.

35 Por mezcla en estado fundido se entiende que la mezcla madre, el copolímero de propileno heterofásico y el peróxido se mezclan a una temperatura que excede el punto de fusión del copolímero de propileno heterofásico y el copolímero de propileno en la mezcla madre. La mezcla en estado fundido puede hacerse utilizando técnicas conocidas por el experto en la materia, por ejemplo en un extrusor. Generalmente, en el proceso de la invención, la mezcla en estado fundido se realiza a una temperatura en el intervalo de 20-300 °C.

40 Por ejemplo, la mezcla en estado fundido de la etapa a) del proceso de la invención puede realizarse a una temperatura en el intervalo de 20 – 300 °C.

45 Por ejemplo, la mezcla en estado fundido de la etapa b) del proceso de la invención puede realizarse a una temperatura en el intervalo de 20 – 330 °C.

50 Las condiciones adecuadas para la mezcla en estado fundido, tales como la temperatura, la presión, la cantidad de cizallamiento, la velocidad del tornillo y el diseño del tornillo cuando se utiliza un extrusor, son conocidas por el experto en la materia.

55 Cuando se usa un extrusor, se puede usar un extrusor convencional tal como un extrusor de doble husillo. La temperatura puede variar a través de las diferentes zonas del extrusor según se requiera. Por ejemplo, la temperatura puede variar desde 180 °C en la zona de alimentación hasta 300 °C en la matriz. Preferiblemente, la temperatura en el extrusor varía desde 200 hasta 265 °C; temperaturas más bajas pueden impedir las reacciones entre el peróxido y un co-agente opcional, por ejemplo monómeros polifuncionales, tales como BDDMA y, como consecuencia, no se pueden obtener composiciones con el índice de fluidez deseado; temperaturas demasiado elevadas pueden inducir procesos de degradación no deseados, que pueden, por ejemplo, dar como resultado composiciones que tienen malas propiedades mecánicas. Igualmente, se puede variar la velocidad del tornillo del extrusor según sea necesario. La velocidad típica del tornillo está en el intervalo de aproximadamente 100 rpm a aproximadamente 400 rpm.

60 El tiempo de residencia en el extrusor para el copolímero de propileno heterofásico puede ser inferior a 1 minuto, por ejemplo entre 10 y 40 segundos.

65 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, entre otras, por 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 $\text{Mg}_{12}\text{Si}_{16}\text{O}_{40}(\text{OH})_8$. Los talcos adecuados para su uso como aditivos a un copolímero de propileno heterofásico están comercialmente disponibles en, por ejemplo, Imerys Luzenac. 'Talco' y 'talcum' se usan indistintamente en la presente memoria.

El talco está disponible en varios tamaños de partícula, por ejemplo, los tamaños de partícula de talco se clasifican como 'ultrafinos' (tamaño medio de partícula inferior a 1 µm, por ejemplo un tamaño medio de partícula en el intervalo de 0,5 a 0,9 µm) y 'finos' (tamaño medio de partícula de al menos 1 µm, por ejemplo un tamaño medio de partícula de 1 µm a 5 µm). Preferiblemente, se utilizan partículas de polvo finas o ultrafinas en el proceso de la presente invención.

Dependiendo de la rigidez deseada, se puede variar la cantidad de talco utilizada. Por razones prácticas, la cantidad de talco con superficie modificada en la composición de la invención es preferiblemente de 0,5 a 5 % en peso basado en la cantidad total de copolímero de propileno de la etapa a) y el copolímero de propileno heterofásico de la etapa b). Por ejemplo, la cantidad de talco con superficie modificada en la composición es al menos 1 % en peso, por ejemplo al menos 1,5 % en peso y/o por ejemplo como máximo 4 % en peso, por ejemplo como máximo 3,5 % en peso, por ejemplo al menos 3 % en peso basado en el copolímero de propileno de la etapa a) y el copolímero de propileno heterofásico de la etapa b).

Preferiblemente, la composición que se prepara mediante el proceso de la invención tiene un índice de fluidez en estado fundido en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C). Por ejemplo, el índice de fluidez es al menos 1, por ejemplo al menos 5 o por ejemplo al menos 14 grados/min y/o por ejemplo como máximo 200 grados/min, por ejemplo, como máximo 80 grados/min o por ejemplo al menos 20 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C). Preferiblemente, el índice de fluidez en estado fundido de la composición que se prepara mediante el proceso de la invención está en el intervalo de 5 a 80 grados/min, por ejemplo en el intervalo de 14 a 20 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C).

Ejemplos de peróxidos adecuados incluyen peróxidos orgánicos que tienen una semivida de descomposición de menos de 1 minuto a la temperatura promedio del proceso durante la mezcla en estado fundido del copolímero de propileno heterofásico con el talco y el peróxido. Los peróxidos orgánicos adecuados incluyen pero no se limitan a peróxidos de dialquilo, por ejemplo, peróxidos de dicumilo, peroxicetales, peroxicarbonatos, peróxidos de diacetilo, 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-butilperoxisopropil)benzeno, peróxido de lauroílo, peracetato de terc-butilo, α,α'-bis(terc-butilperoxi)diisopropilbenzeno (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, hidropéroxido de cumeno, hidropéroxido de diisopropil benzeno, 1,3-bis(t -butilperoxi-isopropil)benzeno, peróxido de dicumilo, carbonato de terc-butilperoxi isopropilo y cualquier combinación de los mismos. Preferiblemente, se emplean peróxidos de dialquilo en el proceso de acuerdo con la presente invención. Más preferiblemente, el peróxido es α,α'-bis(terc-butilperoxi)diisopropilbenzeno, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)-hexano o 3,6,9-trietil-3,6,9-trimetil-1,4,7-triperoxonano. Preferiblemente, el peróxido se selecciona del grupo de peróxidos no aromáticos.

Puede ser determinado fácilmente por el experto en la materia mediante la experimentación rutinaria cuánto peróxido debe usarse para obtener una composición que tenga el índice de fluidez deseado. Esto también depende de la vida media del peróxido y de las condiciones utilizadas para la mezcla en estado fundido, lo que a su vez depende de la composición exacta. Generalmente, la cantidad de peróxido utilizada estará en el intervalo de 0,02 a 0,5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico.

En el proceso de la invención o en la composición de la invención al menos parte del talco puede estar modificado en su superficie, lo que significa que también se pueden usar mezclas de talco con superficie modificada con talco sin modificar en su superficie. Preferiblemente, al menos 80 % en peso del talco utilizado en el proceso de la invención o presente en la composición de la invención está modificado en su superficie, más preferiblemente al menos 90 % en peso, incluso más preferiblemente al menos 95 % en peso, en particular al menos 98 %, más en particular al menos 99 % en peso, lo más en particular todo el talco utilizado en el proceso de la invención o presente en la composición de la invención está modificado en su superficie.

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

Preferiblemente, el talco con superficie modificada es un talco cuya superficie se modifica con una sustancia polar seleccionada del grupo de glicoles, silanos y aminas.

En una realización especial, la invención se refiere a un proceso de la invención, en el que el talco con superficie modificada se prepara mezclando un talco con una sustancia polar, preferiblemente etilen-bis-estearamida. Esto

puede hacerse fuera de línea (es decir, antes de mezclar en estado fundido el talco y el copolímero de propileno) o el talco con superficie modificada puede prepararse in situ (es decir, añadiendo la sustancia polar junto con el talco en la etapa de mezcla en estado fundido).

5 Sin pretender limitarse a la teoría, se cree que al mezclar el talco con una sustancia polar, el talco puede ser 'recubierto' in situ.

Ejemplos de las sustancias polares son como se describen en la presente memoria. Preferiblemente, la mezcla de talco se hace con etilen-bis-estearamida (también denominada EBS o EBA).

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

Específicamente, la invención se refiere a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco,
15 en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz a base de propileno

20 en la que la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70 % en masa de propileno y hasta 30 % en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno en la que la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

25 en la que el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso

en el copolímero de propileno heterofásico es 100 % en peso, en la que la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C)

30 en la que la cantidad de compuestos orgánicos volátiles medida por el valor VOC de acuerdo con la norma VDA278 (30 min, 180 °C) y determinada por cromatografía de gases es menos 1.500 ppm basado en la composición total.

Para el propósito de la invención cuando se hace referencia a la norma VDA278, se hace referencia a la versión de octubre de 2011.

35 Preferiblemente, la cantidad de compuestos orgánicos volátiles (valor VOC) medida por el valor VOC de acuerdo con la norma VDA278 (30 min, 180 °C) y determinada por cromatografía de gases (versión de octubre de 2011) es menos de 1.300 ppm, más preferiblemente menos de 1.000 ppm, por ejemplo menos de 750 ppm, por ejemplo menos de 600 ppm, por ejemplo menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm, basado en la composición total.

En otra realización, la invención se refiere a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco,
45 en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz a base de propileno

50 en la que la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70 % en masa de propileno y hasta 30 % en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno en la que la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

55 en la que el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso

en el copolímero de propileno heterofásico es 100 % en peso, en la que la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C)

60 en la que la cantidad de compuestos orgánicos volátiles (valor FOG) medida por el valor FOG de acuerdo con la norma VDA278 en el segundo calentamiento (primer calentamiento 30 min a 90 °C, segundo calentamiento 1 hora a 120 °C) es menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 350 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm, por ejemplo menos de 250 ppm, por ejemplo menos de 200 ppm, por ejemplo menos de 150 ppm.

En otro aspecto la invención se refiere a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco,

65 en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz a base de propileno

en la que la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70 % en masa de propileno y hasta 30 % en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno en la que la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

en la que el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso

en el copolímero de propileno heterofásico es 100 % en peso, en la que la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C)

en la que la cantidad de butanol emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 100 ppm, por ejemplo menos de 80 ppm, por ejemplo menos de 70 ppm, por ejemplo menos de 60 ppm, por ejemplo menos de 50 ppm, por ejemplo menos de 40 ppm, por ejemplo menos de 30 ppm.

Dicha composición que tiene una cantidad de butanol de menos de 100 ppm, preferiblemente menos de 80 ppm, más preferiblemente menos de 60 ppm, lo más preferiblemente menos de 40 ppm basado en la composición total es especialmente adecuada para su uso en aplicaciones de contacto con alimentos

Por consiguiente, la invención también se refiere al uso de una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco, en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz a base de propileno

en la que la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70 % en masa de propileno y hasta 30 % en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno

en la que la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

en la que el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso

en el copolímero de propileno heterofásico es 100 % en peso, en la que la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C)

en la que la cantidad de butanol emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 100 ppm, por ejemplo menos de 80 ppm, por ejemplo menos de 70 ppm, por ejemplo menos de 60 ppm, por ejemplo menos de 50 ppm, por ejemplo menos de 40 ppm, por ejemplo menos de 30 ppm en aplicaciones en contacto con alimentos.

En otro aspecto la invención se refiere a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco, en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

(a) una matriz a base de propileno

en la que la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70 % en masa de propileno y hasta 30 % en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno en la que la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total

y

(b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

en la que el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso

en el copolímero de propileno heterofásico es 100 % en peso, en la que la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C)

en la que la cantidad de acetona emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 4 ppm, por ejemplo menos de 3 ppm, por ejemplo menos de 2 ppm, por ejemplo menos de 1 ppm.

En otro aspecto la invención se refiere a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco, en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

- 5 (a) una matriz a base de propileno
 en la que la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70 % en masa de propileno y hasta 30 % en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno en la que la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total
 10 y
 (b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

en la que el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso

- 15 en el copolímero de propileno heterofásico es 100 % en peso, en la que la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C) en la que la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o en la que la cantidad de diacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 90, por ejemplo menos de 80, por ejemplo menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm.

- 25 La invención se refiere también a una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco, en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

- (a) una matriz a base de propileno
 30 en la que la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70 % en masa de propileno y hasta 30 % en masa de α -olefina, por ejemplo etileno, basado en la masa total de la matriz a base de propileno en la que la α -olefina en el copolímero de propileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen 2 o 4-10 átomos de carbono, en la que la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total
 35 y
 (b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

en la que la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- α -olefina está en el intervalo de 20-65 % en peso, en la que la α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas,

- 40 en la que el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso

- 45 en el copolímero de propileno heterofásico es 100 % en peso, en la que la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C) y en la que la cantidad de compuestos orgánicos volátiles medida por el valor VOC de acuerdo con la norma VDA278 (30 min, 180 °C) y determinada por cromatografía de gases es menos de 1.500 ppm, preferiblemente menos de 1.300 ppm, más preferiblemente menos de 1.000 ppm, por ejemplo menos de 750 ppm, por ejemplo menos de 600 ppm, por ejemplo menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm basado en la composición total y/o en la que la cantidad de butanol emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 100 ppm, por ejemplo menos de 80 ppm, por ejemplo menos de 70 ppm, por ejemplo menos de 60 ppm, por ejemplo menos de 50 ppm, por ejemplo menos de 40 ppm, por ejemplo menos de 30 ppm y/o en la que la cantidad de acetona emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 4 ppm, por ejemplo menos de 3 ppm, por ejemplo menos de 2 ppm, por ejemplo menos de 1 ppm y/o en la que la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o en la que la cantidad de diacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 90, por ejemplo menos de 80, por ejemplo menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm,

- 50 en la que al menos parte del talco de la composición tiene la superficie modificada y en la que la cantidad de talco en la composición es de 0,5 a 5 % en peso basado en la cantidad total de copolímero de propileno y de copolímero de propileno heterofásico.

- 55 , preferiblemente en la que la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10

- 60

- 65

min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o en la que la cantidad de diacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 90, por ejemplo menos de 80, por ejemplo menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm.

Más en particular, la invención se refiere a una composición obtenida u obtenible mediante el proceso de la invención

en la cantidad de compuestos orgánicos volátiles medida por el valor VOC de acuerdo con la norma VDA278 (30 min, 180 °C) y determinada por cromatografía de gases es menos de 1.500 ppm, preferiblemente menos de 1.300 ppm, más preferiblemente menos de 1.000 ppm, por ejemplo menos de 750 ppm, por ejemplo menos de 600 ppm, por ejemplo menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm, basado en la composición total y/o en la que la cantidad de compuestos volátiles (valor FOG) medida por el valor FOG de acuerdo con la norma VDA278 en el segundo calentamiento (primer calentamiento 30 min a 90 °C, seguido de calentamiento 1 hora a 120 °C) es menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 350 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm, por ejemplo menos de 250 ppm, por ejemplo menos de 200 ppm, por ejemplo menos de 150 ppm y/o

en la que la cantidad de butanol emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 100 ppm, por ejemplo menos de 80 ppm, por ejemplo menos de 70 ppm, por ejemplo menos de 60 ppm, por ejemplo menos de 50 ppm, por ejemplo menos de 40 ppm, por ejemplo menos de 30 ppm y/o en la que la cantidad de acetona emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 4 ppm, por ejemplo menos de 3 ppm, por ejemplo menos de 2 ppm, por ejemplo menos de 1 ppm y/o en la que la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o en la que la cantidad de diacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm, preferiblemente

en la que la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o en la que la cantidad de diacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 90, por ejemplo menos de 80, por ejemplo menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm

Para el propósito de la invención, el valor VOC, el valor FOG, la cantidad de butanol emitida, la cantidad de acetona emitida y la cantidad de isopropenilacetilbenceno y la cantidad de diacetilbenceno se miden en una muestra tomada 1 hora después de su preparación por mezcla en estado fundido y almacenada en bolsas herméticas durante no más de 24 horas a un máximo de 23°C.

Las composiciones de la invención pueden comprender además aditivos.

Por ejemplo, las composiciones pueden contener además agentes de nucleación, clarificadores, estabilizadores, agentes de liberación, pigmentos, colorantes, plastificantes, antioxidantes, antiestáticos, agentes de resistencia a los arañazos, cargas de alto rendimiento, modificadores de impacto, retardadores de llama, agentes de soplado, aditivos para reciclado, agentes de acoplamiento, antimicrobianos, aditivos antivaho, aditivos antiadherentes, aditivos antibloqueo, adyuvantes del procesamiento de polímeros tales como lubricantes y similares, etc., modificadores de la tensión superficial, co-agentes, por ejemplo 1,4-butanodiol dimetacrilato (BDDMA), acrilato o metacrilato; componentes que mejoran la unión interfacial entre el polímero y el talco, por ejemplo polipropileno maleado, etc. Tales aditivos son bien conocidos en la técnica. El experto en la materia puede seleccionar fácilmente cualquier combinación adecuada de aditivos y cantidades de aditivos sin experimentación indebida.

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

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 hasta 100 % en peso.

Algunos o todos los componentes pueden premezclarse con el copolímero de polipropileno, antes de la mezcla en estado fundido del polipropileno heterofásico con el talco o pueden añadirse a la etapa de mezcla en estado fundido a). En el caso de que se produzca la mezcla en estado fundido en el extrusor, los componentes se pueden añadir en cualquier orden y por cualquier medio convencional, por ejemplo en el mismo o en sitios diferentes del extrusor. 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 pared delgada, etc., por ejemplo en aplicaciones de contacto con alimentos.

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

La composición de la invención puede transformarse en artículos (semi)acabados conformados usando una variedad de técnicas de procesamiento. Ejemplos de técnicas de procesamiento adecuadas incluyen moldeo por inyección, moldeo por compresión por inyección, moldeo por inyección de pared fina, extrusión y moldeo por compresión por extrusión. El moldeo por inyección es ampliamente utilizado para producir artículos tales como por ejemplo tapas y cierres, baterías, baldes, contenedores, partes exteriores de automóviles como parachoques, partes interiores de automóviles como paneles de instrumentos o partes de automóviles bajo el capó. La extrusión es por ejemplo ampliamente utilizada para producir artículos, tales como varillas, láminas, películas y tubos. Por ejemplo, el moldeo por inyección de pared delgada puede utilizarse para fabricar envases de paredes finas.

El artículo conformado de la invención tiene también la ventaja de un bajo valor de VOC y/o un bajo valor FOG y/o una pequeña cantidad de acetona y/o una pequeña cantidad de butanol y/o una pequeña cantidad de isopropenilacetilbenceno y/o una pequeña cantidad de diacetilbenceno.

Aunque la invención ha sido descrita en detalle con fines de ilustración, se entiende que tal detalle es únicamente para ese propósito y los expertos en la materia pueden hacer variaciones a la misma sin apartarse del espíritu y alcance de la invención como se define en las reclamaciones.

Hay que señalar además que la invención se refiere a todas las posibles combinaciones de características descritas en la presente memoria, prefiriéndose en particular aquellas combinaciones de características que están presentes en las reivindicaciones.

Hay que señalar además que la expresión '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 divulga un producto que consiste en estos componentes. De forma similar, también debe entenderse que una descripción de un proceso que comprende ciertas etapas también divulga un proceso que consiste en estas etapas.

La invención se aclara a continuación por medio de los siguientes ejemplos, sin estar sin embargo limitada a los mismos.

Ejemplos

Métodos de medición

La emisión de VOC se midió de acuerdo con la norma VDA278 (versión de octubre de 2011, 180 °C, 30 min) en los compuestos granulados.

La emisión de FOG se midió de acuerdo con la norma VDA278 (versión de octubre de 2011, primer calentamiento 90 °C, 30 min, seguido de calentamiento 1 hora a 120 °C).

La cantidad de isopropenilacetilbenceno se midió usando VDA278 (10 min a 180 °C) y se determinó con CG-EM.

La cantidad de diacetilbenceno se midió usando VDA278 (10 min a 180 °C) y se determinó con CG-EM.

Para el propósito de la presente invención, la rigidez se determina midiendo el módulo de flexión de acuerdo con la norma ASTM D790-10. El módulo de flexión se determinó en muestras de 3,2 mm de espesor de acuerdo con la norma ISO37/2, orientación paralela.

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

Para el propósito de la presente invención, el flujo se determina midiendo el índice de fluidez, también llamado índice de flujo de fusión o índice de fusión de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg / 230 °C).

Método

Se prepararon varias muestras utilizando un material de partida que tenía un índice de fluidez (MFI) de 1,5. Este material es un copolímero de propileno heterofásico que tiene una matriz polimérica de propileno en la que la matriz a base de propileno (en este caso un homopolímero de propileno) está presente en una cantidad de 75 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y 25 % en peso de un copolímero de etileno-propileno que consiste en 55 % en peso de etileno.

5 La mezcla madre de talco se preparó dosificando talco Steamic T1 CF (talco no revestido) o talco Steamic T1 DF (talco revestido) (3,4 kg) a través de un alimentador separado en una proporción en peso de 1:1 con parte del copolímero de propileno heterofásico (3,7 kg) y el estabilizador Irganox B225 (0,5 % en peso). Steamic T1 CF y Steamic T1 DF fueron suministrados por Imerys Luzenac. Se prepararon dos mezclas madre de talco: una con 0,3 % en peso de etilen-bis-estearamida (EBA) y una sin etilen-bis-estearamida.

10 Se mezcló una mezcla del adyuvante de procesamiento estearato cálcico (0,05 % en peso), el estabilizador Irganox B225 (0,5 % en peso), el peróxido (Luperco 802PP40, que es di(terc-butilperoxisopropilbenceno) y el copolímero de propileno heterofásico antes de dosificarlo a la tolva del extrusor.

10 La mezcla madre de talco se dosificó al extrusor a través de un alimentador separado a la mezcla descrita anteriormente.

15 El copolímero de propileno heterofásico restante (3,3 kg) se extruyó en un extrusor ZE21 de doble husillo con una de las mezclas madres de talco o con talco Steamic T1 CF y la mezcla de aditivos que contenía el peróxido (Luperco 802PP40, que es di(terc-butilperoxisopropilbenceno, Imerys Luzenac). La cantidad y composición de la mezcla de aditivos se eligió de tal manera que la cantidad de estearato de calcio en la composición final fuese de 500 ppm (basado en la composición total) y la cantidad de Irganox B225 era de 5.000 ppm (basado en la composición total). La concentración de peróxido en la mezcla de aditivos se ajustó para controlar el índice de flujo de fluidez del material acabado al valor deseado.

20 La cantidad de talco en la mezcla madre de talco se eligió de tal manera que la cantidad de talco en el material acabado era 0; 2,5 o 5 % en peso basado en la composición total.

25 Un perfil de temperatura típico en el extrusor es 20-20-40-100-170-230-240-240-240 °C, a un caudal de 2,5 kg/h a 300 rpm.

30 Las composiciones de las muestras difirieron en la forma en la que el talco se introducía en la composición (a través de la mezcla madre o directamente en el extrusor). Para la muestra número 1, el talco utilizado fue Steamic T1 CF (sin recubrimiento), introducido a través de una mezcla madre. Para la muestra número 2, el talco utilizado fue Steamic T1 CF (no recubierto, introducido a través de una mezcla madre que contenía 0,3 % en peso de EBA) Para la muestra comparativa A, el talco utilizado fue Steamic T1 CF, que se introdujo directamente en la extrusora.

Ejemplo 1

35 Se varió la concentración de talco en las composiciones y se ajustó la concentración de peróxido en la mezcla de polvo/aditivo para controlar el índice de fluidez a 18 grados/min.

40 La Tabla 1 muestra la cantidad de peróxido que se necesita para obtener un índice de fluidez tal como se ha determinado en la presente memoria descriptiva de 18 grados/min.

Tabla 1. Cantidad necesaria de la concentración de peróxido para desplazar el MFI del copolímero de propileno heterofásico de 1,5 a 18 grados/min

Ej.	Descripción del proceso	Concentración de peróxido requerida a una concentración de talco de 0 % en peso (% en peso)	Concentración requerida de peróxido a una concentración de talco del 2,5 % en peso (% en peso)	Concentración de peróxido requerida a una concentración de talco de 5 % en peso (% en peso)
1	Mezcla madre T1CF	0,16	0,18	0,25
2	Mezcla madre T1 CF + EBA	0,16	0,16	0,16
A	T1 CF directamente al extrusor	0,16	0,20	0,45

Conclusión 1

45 Como puede verse a partir de los resultados de la tabla 1, la cantidad de peróxido que se necesita para desplazar el MFI de Sabic® PP PHC27 a 18 grados/min es considerablemente superior para la muestra comparativa A que para las composiciones de la invención (que añaden talco en forma de una mezcla madre al copolímero de propileno heterofásico al extrusor en lugar de directamente al copolímero de propileno heterofásico en el extrusor). También puede observarse que preferiblemente, el talco se recubre *in situ*, es decir, preferiblemente se mezcla EBA con el talco en la mezcla madre, antes de la extrusión de la mezcla madre con el copolímero de propileno heterofásico.

Ejemplo 2. Determinación de la cantidad de productos de descomposición de peróxido

5 La cantidad de productos de descomposición de peróxido (diacetilbenceno e isopropenilacetilbenceno) de las composiciones de los ejemplos 1, 2 del ejemplo comparativo A y del ejemplo comparativo B (sin talco) se determinaron en la composición final usando el método descrito anteriormente. Se calcularon las concentraciones de terc-butanol, acetona y metano. Los resultados se presentan en la Tabla 2 a continuación.

Tabla 2. Cantidad de productos de degradación de peróxido

Ej.	Talco	tBuOH (ppm)	Acetona (ppm)	Metano (ppm)	Diacetilbenceno (ppm)	Isopropenil acetilbenceno (ppm)
1	Mezcla madre T1CF	40	2	5	30	14
2	Mezcla madre T1CF + EBA	26	1	3	22	9
A	T1CF directamente a la extrusora	72	4	9	37	21
B	Sin talco	26	1	3	27	10

10 Conclusión 2

15 Como puede verse en la Tabla 2, la cantidad de productos de degradación de peróxido en las composiciones de la invención (preparadas usando una mezcla madre) es considerablemente más baja que en la composición de la muestra comparativa A. Además, el recubrimiento *in situ* del talco en la mezcla madre mezclando en EBA reduce aún más la cantidad de productos de degradación de peróxido en las composiciones de la invención. Esto tiene una ventaja en el rendimiento organoléptico, niveles de emisión más bajos y menos problemas de seguridad.

Ejemplo 3. Determinación de las propiedades mecánicas

20 También se midieron el impacto Izod a 23 °C y el módulo II a 23 °C. Los resultados se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3. Impacto Izod y módulo de flexión del copolímero de propileno heterofásico Sabic® PP PHC27 que tiene un MFI de 18 grados/min, utilizando diferentes talcos.

Ej.		0 % en peso de talco		2,5 % en peso de talco		5 % en peso de talco	
		Imp. (kJ/m ²)	Mod. (MPa)	Imp. (kJ/m ²)	Mod. (MPa)	Imp. (kJ/m ²)	Mod. (MPa)
1	M	-	-	65,49	1157	64,92	1232
2	M+E	-	-	62,64	1134	63,30	1228
A	D	-	-	64,99	1134	65,20	1190
B	Sin talco	60,80	993	-	-	-	-

M = mezcla madre
 M + E = mezcla madre con 0,3 % en peso de EBA
 D = talco añadido directamente al extrusor sin estar presente en la mezcla madre
 Imp. = Impacto Izod a 23 °C (kJ/m²)
 Mod. = Módulo de flexión II a 23 °C (MPa)

25 Conclusión 3

30 Como puede observarse a partir de los resultados de la Tabla 3, aunque se utilizaron diferentes talcos y la cantidad de peróxidos utilizados es menor para las muestras 1-3 que para la muestra comparativa A, el impacto Izod y el módulo de flexión permanecen iguales.

Esto muestra que las propiedades mecánicas de la composición de la invención, aunque contengan una cantidad inferior de productos de descomposición de peróxidos, permanecen comparables a las de la composición que contiene cantidades considerablemente mayores de productos de descomposición de peróxido.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la preparación de una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco,
 5 en el que el copolímero de propileno heterofásico consiste en
- (a) una matriz a base de propileno,
 en el que la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70 % en masa de propileno y hasta 30 % en masa de α -olefina,
 10 basado en la masa total de la matriz a base de propileno,
 en el que la α -olefina en el copolímero de propileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen 2 o 4-10 átomos de carbono,
 en la que la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total
 15 y
 (b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,
- en el que la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- α -olefina está en el intervalo de 20-65 % en peso, en el que la α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas,
 20 en el que el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y
 en el que la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100 % en peso, en el que la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C)
 25 que comprende las etapas de
- (a) mezclar en estado fundido un copolímero de propileno con un talco para obtener una mezcla madre
 30 (b) mezclar en estado fundido la mezcla madre con el copolímero de propileno heterofásico y un peróxido para obtener la composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco, en el que la cantidad de peróxido se selecciona de manera que se obtiene una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco que tiene el índice de fluidez deseado,
 35 en el que al menos parte del talco en la composición tiene la superficie modificada y
 en el que la cantidad de talco en la composición es de 0,5 a 5 % en peso basado en la cantidad total del copolímero de propileno de la etapa a) y el copolímero de propileno heterofásico de la etapa b).
- 40 2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno.
3. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en el que la α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina es propileno.
 45
4. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, que comprende las etapas de
- (a) mezclar en estado fundido un copolímero de propileno heterofásico con un talco para obtener una mezcla madre
 50 (b) mezclar en estado fundido la mezcla madre con el mismo copolímero de propileno heterofásico y un peróxido para obtener la composición que comprende el copolímero de propileno heterofásico y talco.
5. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que el peróxido es α,α' -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.
 55
6. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que la relación en peso entre el talco y el copolímero de propileno en la mezcla madre es de 1:9 a 9:1.
- 60 7. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que el talco tiene la superficie modificada con una sustancia polar seleccionada del grupo de glicoles, silanos y aminas.
8. Proceso de acuerdo con la reivindicación 6 o la reivindicación 7, en el que el talco con superficie modificada se prepara mezclando un talco con una sustancia polar, preferiblemente etilen-bis-estearamida.
 65

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, un copolímero de propileno y talco, en la que el copolímero de propileno heterofásico consiste en

- 5 (a) una matriz a base de propileno,
 en la que la matriz a base de propileno consiste en un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno- α -olefina consistente en al menos 70 % en masa de propileno y hasta 30 % en masa de α -olefina, basado en la masa total de la matriz a base de propileno,
 10 en la que la α -olefina en el copolímero de propileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen 2 o 4-10 átomos de carbono,
 en la que la matriz a base de propileno está presente en una cantidad de 60 a 95 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total
 y
 15 (b) un copolímero de etileno- α -olefina disperso,

en la que la cantidad de etileno en el copolímero de etileno- α -olefina está en el intervalo de 20-65 % en peso, en la que la α -olefina en el copolímero de etileno- α -olefina se selecciona del grupo de α -olefinas que tienen de 3 a 8 átomos de carbono y cualquier mezcla de las mismas,

20 en la que el copolímero de etileno- α -olefina disperso está presente en una cantidad de 40 a 5 % en peso basado en el copolímero de propileno heterofásico total y en la que la suma de la cantidad total de matriz a base de propileno y la cantidad total de copolímero de etileno- α -olefina disperso en el copolímero de propileno heterofásico es 100 % en peso,

25 en la que la composición tiene un índice de fluidez deseado en el intervalo de 1 a 200 grados/min medido de acuerdo con la norma ISO1133 (2,16 kg/230 °C) y

en la que la cantidad de compuestos orgánicos volátiles medida por el valor VOC de acuerdo con la norma VDA278 (30 min, 180 °C) y determinada por cromatografía de gases es menos de 1.500 ppm, preferiblemente menos de 1.300 ppm, más preferiblemente menos de 1.000 ppm, por ejemplo menos de 750 ppm, por ejemplo menos de 600 ppm, por ejemplo menos de 500 ppm, por ejemplo menos de 400 ppm, por ejemplo menos de 300 ppm basado en la
 30 composición total y/o en la que la cantidad de butanol emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 100 ppm, por ejemplo menos de 80 ppm, por ejemplo menos de 70 ppm, por ejemplo menos de 60 ppm, por ejemplo menos de 50 ppm, por ejemplo menos de 40 ppm, por ejemplo menos de 30 ppm y/o en la que la cantidad de acetona emitida medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases -
 35 espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 4 ppm, por ejemplo menos de 3 ppm, por ejemplo menos de 2 ppm, por ejemplo menos de 1 ppm y/o en la que la cantidad de isopropenilacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 20, por ejemplo menos de 15, por ejemplo menos de 10 ppm, basado en la composición total y/o en la que la cantidad de diacetilbenceno medida de acuerdo con la norma VDA278 (10 min, 180 °C) determinada por
 40 cromatografía de gases - espectrometría de masas (CG-EM) es menos de 30, por ejemplo menos de 25 ppm, en la que al menos parte del talco de la composición tiene la superficie modificada y en la que la cantidad de talco en la composición es de 0,5 a 5 % en peso basado en la cantidad total de copolímero de propileno y de copolímero de propileno heterofásico.

45 11. Composición de acuerdo con la reivindicación 9 o la reivindicación 10, que además comprende aditivos.

12. Uso de las composiciones de una cualquiera de las reivindicaciones 9-11 en el moldeo por inyección, moldeo por soplado, moldeo por extrusión, moldeo por compresión o moldeo por inyección de pared delgada, por ejemplo en aplicaciones de contacto con alimentos.

50 13. Un artículo conformado que comprende la composición de una cualquiera de las reivindicaciones 9-11.