

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 634 762**

51 Int. Cl.:

**C08L 23/10** (2006.01)

**C08J 5/18** (2006.01)

**C08F 110/06** (2006.01)

**C08F 297/08** (2006.01)

**C08F 10/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.06.2013 PCT/EP2013/063400**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.01.2014 WO14001394**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.06.2013 E 13734984 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.05.2017 EP 2867294**

54 Título: **Polipropileno con alta resistencia del fundido con calidad mejorada**

30 Prioridad:

**28.06.2012 EP 12174070**

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

**28.09.2017**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**KLIMKE, KATJA y  
BRAUN, HERMANN**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

ES 2 634 762 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

Polipropileno con alta resistencia del fundido con calidad mejorada

La presente invención se refiere a un método de proporcionar una composición de polipropileno que tiene alta resistencia del fundido y un índice de gel OCS bajo. Además, la presente invención también se refiere a una composición de polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS) correspondiente así como al uso de un polipropileno lineal específico para reducir el índice de gel OCS de una composición de polipropileno.

Las composiciones de polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) se conocen generalmente en la técnica. Sin embargo, un reto dentro de las HMS-PP existentes es su calidad de película variable. La calidad de película se expresa por medio del índice de gel que se mide con la herramienta de inspección de gel OCS tal como se describe en el documento WO 2008/022802.

Tal como se conoce en la técnica, los aditivos se añaden normalmente a materiales plásticos con el fin de mejorar el rendimiento de los mismos. Ejemplos de aditivos típicos son por ejemplo antioxidantes o pigmentos. Estos aditivos se añaden a menudo al material de base plástico en forma de una mezcla de aditivos que tiene incorporados los aditivos en una pequeña cantidad de polvo de polímero. La mezcla de aditivos se denomina a veces mezcla maestra. La pequeña cantidad de polvo de polímero usada para la mezcla de aditivos se dosifica normalmente al final del procedimiento de HMS. Sin embargo, la contribución al índice de gel final de esta mezcla de aditivos a menudo se ignora. Y hasta ahora se ha pensado que el índice de gel y por tanto la calidad de película del material resultante dependen solo de la fabricación del polipropileno de alta resistencia del fundido en vez de las propiedades de la mezcla maestra.

El documento EP 0 879 830, presentado por Borealis en 1997, describe las bases del procedimiento en un reactor posterior de alta resistencia del fundido (HMS) de Borealis en el que se usan peróxido y butadieno para elaborar materiales de polipropileno ramificado (LCB-PP) de cadena larga. Esta patente cubre un amplio intervalo de velocidades de flujo del fundido en polvo (MFR) y tamaños de partículas. Sin embargo, no especifica el impacto del polvo de PP usado para la preparación de la mezcla de aditivos en la calidad de película HMS en particular en la calidad OCS expresada por medio del índice de gel.

Sigue habiendo una necesidad en la técnica de un método para producir HMS-PP de calidad fiable y/o mejorada.

Por consiguiente el objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento que permita a un experto producir una composición de polipropileno y una película elaborada de dicha composición de polipropileno con bajo contenido en gel.

Los presentes inventores encontraron ahora sorprendentemente que el índice de gel final es de hecho independiente del tamaño de partículas del polvo y PSD usados para la mezcla de aditivos. En su lugar, se encontró que el índice de gel final puede reducirse significativamente simplemente aumentando la MFR del polvo usado para la mezcla de aditivos.

Por tanto, la presente invención se refiere a un procedimiento para proporcionar una composición de polipropileno que tiene una alta resistencia del fundido, el procedimiento comprende las etapas de: (a) proporcionar un polipropileno ramificado (b-PP) que tiene una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 200 mm/s, en el que la resistencia del fundido  $F_{30}$  y la extensibilidad del fundido  $v_{30}$  se miden según la norma ISO 16790:2005, en el que el polipropileno ramificado (b-PP) se proporciona haciendo reaccionar un polipropileno (PP) con un agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente; (b) añadir al polipropileno ramificado (b-PP) un polipropileno lineal (1-PP) que tiene una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 1 a 18 g/10 min, en el que el polipropileno lineal (1-PP) comprende al menos un aditivo (A) seleccionado del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antinebulización, eliminadores ácidos, agentes de expansión, agentes de adhesión, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos, y en el que de 1 a 5 partes en peso del polipropileno lineal (1-PP) se añaden a de 95 a 99 partes en peso de polipropileno ramificado (b-PP). La presente invención todavía proporciona adicionalmente una composición de polipropileno que comprende (a) de 95 a 99 partes en peso de un polipropileno ramificado (b-PP) obtenible haciendo reaccionar un polipropileno (PP) con un agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente; y (b) de 1 a 5 partes en peso de un polipropileno lineal (1-PP) que tiene una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 1 a 18 g/10 min, preferiblemente desde 3 hasta 15 g/10 min; en el que la composición de polipropileno tiene una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 8 a 13 g/10 min, y un índice de gel de menos de 1.500; y en el que además la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) tiene(n) una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 cN, preferiblemente de 5,8 a 13,0 cN, y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 210 a 300 mm/s, preferiblemente de 230 a 290 mm/s, en el que la resistencia del fundido  $F_{30}$  y la extensibilidad del fundido  $v_{30}$  se miden según la norma

ISO 16790:2005 y en el que la composición de polipropileno comprende al menos un aditivo (A) seleccionado del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antinebulización, eliminadores ácidos, agentes de expansión, agentes de adhesión, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos.

5 La presente invención también presenta una película que comprende una composición de polipropileno correspondiente tal como se describió anteriormente.

Además, la presente invención se refiere al uso de una mezcla de aditivos (AM) que contiene un polipropileno lineal (1-PP) y al menos un aditivo (A) en una composición de polipropileno que comprende dicha mezcla de aditivos (AM) y un polipropileno ramificado (b-PP) para reducir el índice de gel de dicha composición de polipropileno o películas elaboradas a partir de dicha composición de polipropileno, en el que (a) la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) tiene(n) una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 200 mm/s, en el que la resistencia del fundido  $F_{30}$  y la extensibilidad del fundido  $v_{30}$  se miden según la norma ISO 16790:2005, (b) el polipropileno lineal (1-PP) tiene una velocidad de flujo del fundido MFR<sub>2</sub> (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 1 a 18 g/10 min, y (c) el al menos un aditivo (A) se selecciona del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antinebulización, eliminadores ácidos, agentes de expansión, agentes de adhesión, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos. A continuación la invención se describe en más detalle.

En primer lugar se describen los componentes individuales usados, es decir el polipropileno ramificado (b-PP), el polipropileno (PP'), como el polipropileno lineal (1-PP), y los aditivos (A), usados en la presente invención así como la composición de polipropileno. Posteriormente se describen en más detalle el procedimiento así como el uso de la invención. Sin embargo cualquier información o cualquier realización preferida proporcionada para los componentes individuales usados o la composición de polipropileno puede aplicarse también para el procedimiento y uso de la invención, si se hace referencia a los componentes individuales usados y la composición de polipropileno, respectivamente.

El componente principal para la composición de polipropileno que va a proporcionarse según la invención es un polipropileno ramificado (b-PP). Un polipropileno ramificado difiere de un polipropileno lineal en que la estructura principal de polipropileno abarca cadenas laterales mientras que un polipropileno no ramificado, es decir un polipropileno lineal, no abarca cadenas laterales. Las cadenas laterales tienen un impacto significativo en la reología del polipropileno. Por consiguiente los polipropilenos lineales y polipropilenos ramificados pueden distinguirse claramente por su comportamiento de flujo bajo esfuerzo.

Puede lograrse la ramificación usando catalizadores específicos, es decir catalizadores de sitio único específicos, o mediante modificación química. Con respecto a la preparación de un polipropileno ramificado obtenido mediante el uso de un catalizador específico, se hace referencia al documento EP 1 892 264. Con respecto a un polipropileno ramificado obtenido mediante modificación química se hace referencia al documento EP 0 879 830 A1. En un caso de este tipo el polipropileno ramificado también se denomina polipropileno de alta resistencia del fundido. Preferiblemente el polipropileno ramificado (b-PP) de la presente invención se obtiene mediante modificación química tal como se describe en más detalle a continuación y por tanto es un polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP).

Por tanto el polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), como el componente principal de la composición de polipropileno tiene una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 200 mm/s, preferiblemente tiene una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 a 20,0 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 200 a 300 mm/s, con el fin de proporcionar una composición de polipropileno resultante con buenas propiedades pseudoplásticas. La resistencia del fundido  $F_{30}$  y la extensibilidad del fundido  $v_{30}$  se miden según la norma ISO 16790:2005.

Normalmente la presente composición de polipropileno también tiene una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 200 mm/s, preferiblemente tiene una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 a 20,0 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 200 a 300 mm/s.

En una realización preferida, el polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), tiene

(a) una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,6 cN, como de más de 5,6 a 20,0 cN, más preferiblemente de más de 5,7 cN, todavía más preferiblemente de 5,7 a 18,0 cN, aún más preferiblemente de 5,7 a 15,0 cN, todavía aún más preferiblemente de 5,8 a 13,0 cN,

y

(b) una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 210 a 300 mm/s, como de más de 220 a 300 mm/s, más preferiblemente de más de 225 mm/s, todavía más preferiblemente de 225 a 300 mm/s, aún más preferiblemente de 230 a 290 mm/s.

5 En una realización especialmente preferida el polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), tiene una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,6 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 210 a 300 mm/s, como una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,6 a 20,0 cN y extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 220 a 300 mm/s, más preferiblemente una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,7 cN y extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 225 mm/s, todavía más preferiblemente una resistencia del fundido  $F_{30}$  de 5,7 a 18,0 cN y extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de 225 a 300 mm/s, aún más preferiblemente una  
10 resistencia del fundido  $F_{30}$  de 5,7 a 15,0 cN y extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de 230 a 290 mm/s, todavía aún más preferiblemente una resistencia del fundido  $F_{30}$  de 5,8 a 12,0 cN y extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de 230 a 290 mm/s.

Adicional o alternativamente al índice de ramificación, el polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), puede definirse adicionalmente por el factor de endurecimiento por deformación (SHF). Por consiguiente se prefiere que el polipropileno ramificado (b-PP),  
15 preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), tenga un factor de endurecimiento por deformación (SHF) de al menos 1,7, más preferiblemente de al menos 1,9, aún más preferiblemente en el intervalo de 1,9 a 7,0, todavía más preferiblemente en el intervalo de 1,9 a 6,5 medido a una velocidad de deformación de 3,0  $s^{-1}$  y una deformación de Hencky de 2,5.

Además se prefiere que dicho polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), tiene una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de al menos 2,0 g/10 min, más preferiblemente en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, todavía más preferiblemente en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, aún más preferiblemente en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, como en el intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, como de 8,0 a 12,0 g/10 min.

Por tanto, en una realización específica, el polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), tiene  
25

(a) una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) de al menos 2,0 g/10 min, preferiblemente en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, más preferiblemente en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, todavía más preferiblemente en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, aún más preferiblemente en el intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, como de 8,0 a 12,0 g/10 min;

30 (b) una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,6 cN, como de más de 5,6 a 20,0 cN, más preferiblemente de más de 5,7 cN, todavía más preferiblemente de 5,7 a 18,0 cN, aún más preferiblemente de 5,7 a 15,0 cN, todavía aún más preferiblemente de 5,8 a 13,0 cN, y

(c) una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 210 a 300 mm/s, como de más de 220 a 300 mm/s, más preferiblemente de más de 225 mm/s, todavía más preferiblemente de 225 a 300 mm/s, aún más preferiblemente de 230 a 290 mm/s.  
35

Preferiblemente, el polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), tiene un punto de fusión de al menos 130°C, más preferiblemente de al menos 135°C y lo más preferiblemente de al menos 140°C. La temperatura de cristalización es preferiblemente al menos 120°C.

Además, el polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), puede ser un copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), preferiblemente copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia del fundido (RHMS-PP), o un homopolímero de propileno ramificado (b-H-PP), preferiblemente un homopolímero de propileno de alta resistencia del fundido (H-HMS-PP), prefiriéndose el último.  
40

Para el fin de la presente invención, la expresión "homopolímero de propileno" se refiere a un polipropileno que consiste sustancialmente, es decir en al menos el 97% en moles, preferiblemente en al menos el 98% en moles, más preferiblemente en al menos el 99% en moles, lo más preferiblemente en al menos el 99,8% en moles de unidades de propileno. En una realización preferida solo son detectables unidades de propileno en el homopolímero de propileno.  
45

En el caso del polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), es un copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), preferiblemente un copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia del fundido (R-HMSPP), comprende monómeros copolimerizables con propileno, por ejemplo comonómeros tales como etileno y/o  $\alpha$ -olefinas  $C_4$  a  $C_{12}$ , en particular etileno y/o  $\alpha$ -olefinas  $C_4$  a  $C_{10}$ , por ejemplo 1-buteno y/o 1-hexeno. Preferiblemente el copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), preferiblemente el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia del fundido (R-HMS-PP), comprende,  
50

especialmente consiste en, monómeros copolimerizables con propileno del grupo que consiste en etileno, 1-buteno y 1-hexeno. Más específicamente el copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), preferiblemente el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia del fundido (R-HMS-PP), comprende, aparte de propileno, unidades derivables de etileno y/o 1-buteno. En una realización preferida el copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), preferiblemente el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia del fundido (R-HMS-PP), comprende unidades derivables de etileno y propileno solo. El contenido en comonómero en el copolímero de propileno aleatorio ramificado (b-R-PP), preferiblemente en el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia del fundido (R-HMS-PP), está preferiblemente en el intervalo de más del 0,2 al 10,0% en moles, todavía más preferiblemente en el intervalo de más del 0,5 al 7,0% en moles.

En este aspecto cabe mencionar que el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) que es o bien un homopolímero de propileno de alta resistencia del fundido (H-HMS-PP) o bien un copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia del fundido (R-HMS-PP) puede comprender adicionalmente monómeros insaturados diferentes a los comonómeros definidos para el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia del fundido (R-HMS-PP). En otras palabras, el homopolímero de propileno de alta resistencia del fundido (H-HMS-PP) o el copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia del fundido (R-HMS-PP) puede comprender monómeros insaturados, como monómero(s) insaturado(s) bifuncional(es) y/o polímero(s) de bajo peso molecular insaturado(s) multifuncional(es) tal como se define en detalle a continuación, siendo diferente a propileno, etileno y otras  $\alpha$ -olefinas C<sub>4</sub> a C<sub>12</sub>. Por consiguiente la definición de homopolímero y copolímero en vista del polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) se refiere de hecho al polipropileno sin modificar usado para obtener el polipropileno de resistencia del fundido (HMS-PP) mediante modificación química tal como se define en detalle a continuación.

Tal como se menciona, el polipropileno ramificado (b-PP), cuando se usa en forma de un polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) es un polipropileno modificado. Por consiguiente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) puede definirse adicionalmente según la manera en que se obtiene. El polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) es preferiblemente el resultado de tratar un polipropileno sin modificar con agentes que forman radicales que se descomponen térmicamente y/o con radiación ionizante. Sin embargo en un caso de este tipo existe un alto riesgo de que se degrade el polipropileno sin modificar, lo que es perjudicial. Por tanto se prefiere que la modificación se realice mediante el uso de monómero(s) insaturado(s) bifuncional(es) y/o polímero(s) de bajo peso molecular insaturado(s) multifuncional(es) como unidad(es) puente químicamente unidas. Un método adecuado para obtener el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) se da a conocer por ejemplo en los documentos EP 0 787 750, EP 0 879 830 A1 y EP 0 890 612 A2. Todos los documentos se incluyen en este caso como referencia. Por ello, la cantidad de peróxido está preferiblemente en el intervalo del 0,05 al 3,00% en peso basándose en el polipropileno sin modificar.

Por consiguiente en una realización preferida el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) comprende

(a) si es un homopolímero de propileno de alta resistencia del fundido (H-HMS-PP) unidades derivadas de

(i) propileno y

(ii) monómero(s) insaturado(s) bifuncional(es) y/o polímero(s) de bajo peso molecular insaturado(s) multifuncional(es),

o

(b) si es un copolímero de propileno aleatorio de alta resistencia del fundido (R-HMS-PP) unidades derivadas de

(i) propileno

(ii) etileno y/o  $\alpha$ -olefinas C<sub>4</sub> a C<sub>10</sub>, por ejemplo 1-buteno y/o 1-hexeno, preferiblemente etileno, y

(iii) monómero(s) insaturado(s) bifuncional(es) y/o polímero(s) de bajo peso molecular insaturado(s) multifuncional(es),

"Insaturado bifuncional o insaturado multifuncional" tal como se usó anteriormente significa preferiblemente la presencia de dos o más enlaces dobles no aromáticos, como en por ejemplo divinilbenceno o ciclopentadieno o polibutadieno. Solo se usan los compuestos insaturados bi o multifuncionales de este tipo, que pueden polimerizarse preferiblemente con la ayuda de radicales libres. Los sitios insaturados en los compuestos insaturados bi o multifuncionales están en su estado químicamente unido de hecho no "insaturado", porque los dobles enlaces se usan cada uno para un enlace covalente a las cadenas de polímero del polipropileno sin modificar.

La reacción de/de los monómero(s) insaturado(s) bifuncional(es) y/o polímero(s) de bajo peso molecular insaturado(s) multifuncional(es), que tiene(n) preferiblemente un peso molecular promedio en número ( $M_n$ )  $\leq$

10000 g/mol, sintetizado(s) a partir de uno y/o más monómeros insaturados con el polipropileno sin modificar puede realizarse en presencia de un agente que forma radicales libres térmicamente, por ejemplo agente que forma radicales libres de descomposición, como un peróxido que puede descomponerse térmicamente y/o radiación ionizante o radiación microondas.

5 Los monómeros insaturados bifuncionales pueden ser

- compuestos de divinilo, tales como divinilanilina, m-divinilbenceno, p-divinilbenceno, divinilpentano y divinilpropano;
- compuestos de alilo, tales como acrilato de alilo, metacrilato de alilo, metilmaleato de alilo y alil vinil éter;
- dienos, tales como 1,3-butadieno, cloropreno, ciclohexadieno, ciclopentadieno, 2,3-dimetilbutadieno, heptadieno, hexadieno, isopreno y 1,4-pentadieno;

10 - bis (maleimida) bis (citraconimida) aromática y/o alifática y mezclas de estos monómeros insaturados.

Monómeros insaturados bifuncionales especialmente preferidos son 1,3-butadieno, isopreno, dimetilbutadieno y divinilbenceno.

El polímero de bajo peso molecular insaturado multifuncional, que tiene preferiblemente un peso molecular promedio en número ( $M_n$ )  $\leq$  10000 g/mol puede sintetizarse a partir de uno o más monómeros insaturados.

15 Ejemplos de tales polímeros de bajo peso molecular son

- polibutadienos, especialmente en los que las diferentes microestructuras en la cadena polimérica, es decir 1,4-cis, 1,4-trans y 1,2-(vinil) están predominantemente en la configuración 1,2-(vinil)
- copolímeros de butadieno y estireno que tienen 1,2-(vinil) en la cadena polimérica.

20 Un polímero de bajo peso molecular preferido es polibutadieno, en particular un polibutadieno que tiene más del 50,0% en peso del butadieno en la configuración 1,2-(vinil).

25 El polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) puede contener más de un monómero insaturado bifuncional y/o polímero de bajo peso molecular insaturado multifuncional. Incluso más preferido, la cantidad de monómero(s) insaturado(s) bifuncional(es) y polímero(s) de bajo peso molecular insaturado(s) multifuncional(es) en conjunto en el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) del 0,01 al 10,0% en peso basándose en dicho polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP).

Tal como se declaró anteriormente se prefiere que el/los monómero(s) insaturado(s) bifuncional(es) y/o polímero(s) de bajo peso molecular insaturado(s) multifuncional(es) se usen en presencia de un agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente.

30 Peróxidos son agentes que forman radicales libres que se descomponen térmicamente preferidos. Más preferiblemente los agentes que forman radicales libres que se descomponen térmicamente se seleccionan del grupo que consiste en peróxido de acilo, peróxido de alquilo, hidroperóxido, peréster y peroxicarbonato.

Se prefieren los siguientes peróxidos enumerados en particular:

Peróxidos de acilo: peróxido de benzoílo, peróxido de 4-clorobenzoílo, peróxido de 3-metoxibenzoílo y/o peróxido de metilbenzoílo.

35 Peróxidos de alquilo: peróxido de alil-t-butilo, 2,2-bis(t-butilperoxibutano), 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, n-butil-4,4-bis(t-butilperoxi)valerato, peróxido de diisopropilaminometil-t-amilo, peróxido de dimetilaminometil-t-amilo, peróxido de dietilaminometil-t-butilo, peróxido de dimetilaminometil-t-butilo, 1,1-di-(t-amilperoxi)ciclohexano, peróxido de t-amilo, peróxido de t-butilcumilo, peróxido de t-butilo y/o peróxido de 1-hidroxibutil-n-butilo.

40 Perésteres y peroxicarbonatos: peracetato de butilo, peracetato de cumilo, perpropionato de cumilo, peracetato de ciclohexilo, peradipato de di-t-butilo, perazelato de di-t-butilo, perglutarato de di-t-butilo, pertalato de di-t-butilo, persebacato de di-t-butilo, perpropionato de 4-nitrocumilo, perbenzoato de 1-feniletilo, nitro-perbenzoato de feniletilo, percarboxilato de t-butilbicyclo-(2,2,1)heptano, perbutirato de t-butil-4-carbometoxi, percarboxilato de t-butilciclobutano, peroxicarboxilato de t-butilciclohexilo, percarboxilato de t-butilciclopentilo, percarboxilato de t-butilciclopropano, percinamato de t-butildimetilo, perbenzoato de t-butil-2-(2,2-difenilvinilo), perbenzoato de t-butil-4-

5 metoxi, perbenzoato de t-butilo, t-butilcarboxiciclohexano, pernaftoato de t-butilo, peroxiisopropilcarbonato de t-butilo, pertoluoato de t-butilo, percarboxilato de t-butil-1-fenilciclopropilo, perpenten-2-oato de t-butil-2-propilo, percarboxilato de t-butil-1-metilciclopropilo, peracetato de t-butil-4-nitrofenilo, peroxicarbamato de t-butilnitrofenilo, percarboxilato de t-butil-N-succinimido, percrotonato de t-butilo, ácido permaleico de t-butilo, permetacrilato de t-butilo, peroctoato de t-butilo, peroxiisopropilcarbonato de t-butilo, perisobutirato de t-butilo, peracrilato de t-butilo y/o perpropionato de t-butilo.

También se contemplan mezclas de estos agentes que forman radicales libres enumerados anteriormente.

10 El polipropileno sin modificar para preparar un polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) de este tipo tiene preferiblemente una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 en un intervalo de 0,05 a 45,0 g/10 min, más preferiblemente en un intervalo de 0,01 a 10,0 g/10 min, todavía más preferiblemente en un intervalo de 0,01 a 1,0 g/10 min, aún más preferiblemente en un intervalo de 0,01 a 0,5 g/10 min.

Preferiblemente el polipropileno sin modificar es un homopolímero de propileno.

15 Tras la preparación, puede someterse el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP) a etapas de modificación para modificar el polímero adicionalmente. Tales etapas de modificación incluyen, por ejemplo, injerto, en el que se injertan uno o más comonómeros funcionales a la cadena de polipropileno; y reducción de la viscosidad, en la que se reduce el peso molecular del polipropileno combinando el polímero en estado fundido en la extrusora con un generador de radicales libres, tal como un peróxido. Tales etapas son bien conocidas para el experto en la técnica y pueden encontrarse referencias a las mismas en la bibliografía.

20 El polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), está libre de aditivos (A) tal como se define en más detalle a continuación.

25 El otro componente importante de la presente invención es el polipropileno (PP'), preferiblemente un polipropileno lineal (1-PP), que debe tener una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 1 a 18 g/10 min, preferiblemente de 3 a 15 g/10 min, más preferiblemente de 4 a 15 g/10 min, aún más preferiblemente de 5 a 13 g/10 min.

Tal como se mencionó anteriormente el término "lineal" indica que el polipropileno lineal (1-PP), no muestra o casi no muestra estructura ramificante. Debido a la ausencia de ramificaciones, el polipropileno lineal (1-PP) se caracteriza preferiblemente por una baja extensibilidad del fundido  $v_{30}$  y/o una baja resistencia del fundido  $F_{30}$ . Por tanto se prefiere que el polipropileno lineal (1-PP) tenga

30 (a) una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 1,0 cN, preferiblemente de más de 2,0 cN, más preferiblemente en el intervalo de 1,0 a 65 cN, aún más preferiblemente en el intervalo de 2,0 a 50 cN, como en el intervalo de 2,5 a 30 cN;

y

35 (b) una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de por debajo de 200 mm/s, preferiblemente de por debajo de 190 mm/s, más preferiblemente en el intervalo de 100 a por debajo de 200 mm/s, todavía más preferiblemente en el intervalo de 120 a 190 mm/s, aún más preferiblemente en el intervalo de 120 a 175 mm/s, como en el intervalo de 125 a 170 mm/s.

40 En otras palabras, se prefiere que el polipropileno lineal (1-PP) tenga una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 1,0 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de por debajo de 200 mm/s, preferiblemente una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 2,0 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de por debajo de 190 mm/s, más preferiblemente una resistencia del fundido  $F_{30}$  en el intervalo de 1,0 a 65 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  en el intervalo de 100 a por debajo de 200 mm/s, aún más preferiblemente una resistencia del fundido  $F_{30}$  en el intervalo de 2,0 a 50 cN y en el intervalo de 120 a 190 mm/s, como una resistencia del fundido  $F_{30}$  en el intervalo de 2,5 a 30 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  en el intervalo de 120 a 175 mm/s.

Por consiguiente en una realización específica, el polipropileno lineal (1-PP) tiene

45 (a) una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) de 1 a 18 g/10 min, preferiblemente de 3 a 15 g/10 min, más preferiblemente de 4 a 15 g/10 min, aún más preferiblemente de 5 a 13 g/10 min;

(b) una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 1,0 cN, preferiblemente de más de 2,0 cN, más preferiblemente en el intervalo de 1,0 a 65 cN, aún más preferiblemente en el intervalo de 2,0 a 50 cN, como en el intervalo de 2,5 a 30 cN; y

(c) una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de por debajo de 200 mm/s, preferiblemente de por debajo de 190 mm/s, más preferiblemente en el intervalo de 100 a por debajo de 200 mm/s, todavía más preferiblemente en el intervalo de 120 a 190 mm/s, aún más preferiblemente en el intervalo de 120 a 175 mm/s, como en el intervalo de 125 a 170 mm/s.

5 El polipropileno lineal (1-PP) puede producirse de manera conocida empleando un catalizador de sitio único o Ziegler Natta. El polipropileno lineal (1-PP) puede ser un homopolímero de propileno lineal (1-H-PP) o un copolímero de propileno lineal (1-R-PP). Con respecto al contenido en comonomero y tipo de comonomero se refiere a la información proporcionada anteriormente para el polipropileno ramificado (b-PP). Preferiblemente el polipropileno lineal (1-PP) es un homopolímero de propileno lineal (1-H-PP).

10 Tal como se mencionó anteriormente el componente principal de la composición de polipropileno es el polipropileno ramificado (b-PP) mientras que el polipropileno lineal está presente en menores cantidades. Por consiguiente se prefiere que la composición de polipropileno comprenda

(a) de 80 a 99 partes en peso, preferiblemente de 90 a 99 partes en peso, más preferiblemente de 95 a 99 partes en peso, del polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente del polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP); y

15 (b) de 1 a 20 partes en peso, preferiblemente de 1 a 10 partes en peso, más preferiblemente de 1 a 5 partes en peso, de polipropileno (PP'), preferiblemente del polipropileno lineal (1-PP).

20 En una realización preferida el polipropileno ramificado (b-PP), es decir el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMSPP), y el polipropileno (PP'), es decir el polipropileno lineal (1-PP), son los únicos componentes de polímero en la composición de polipropileno. En otras palabras, la composición de polipropileno puede comprender además al menos un aditivo (A) tal como se define en más detalle a continuación pero no otros polímeros en una cantidad que exceda el 5% en peso, más preferiblemente que exceda el 2% en peso, todavía más preferiblemente que exceda el 1% en peso, basándose en el peso total de la composición de polipropileno. En una realización específica, la composición de polipropileno consiste en el polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), el polipropileno (PP'), preferiblemente el polipropileno lineal (1-PP), y al menos un aditivo (A).

30 Aditivos (A) ilustrativos que van a usarse en la composición de polipropileno de la invención incluyen, pero no se limitan a, estabilizadores tales como antioxidantes (por ejemplo fenoles impedidos estéricamente, fosfitos/fosfonitos, antioxidantes que contienen azufre, eliminadores de radical alquilo, aminas aromáticas, estabilizadores de aminas impedidas, o combinaciones de los mismos), desactivadores metálicos (por ejemplo Irganox MD 1024), o estabilizadores UV (por ejemplo estabilizadores frente a la luz de aminas impedidas). Otros aditivos típicos son modificadores tales como agentes antiestáticos o antinebulización (por ejemplo aminas y amidas etoxiladas, o ésteres de glicerol), eliminadores ácidos (por ejemplo estearato de Ca), agentes de expansión, agentes de adhesión (por ejemplo poliisobuteno), lubricantes y resinas (ceras de ionómeros, ceras de copolímero de PE y etileno, ceras de Fischer-Tropsch, ceras a base de montana, compuestos a base de flúor, o ceras de parafina), agentes de nucleación (por ejemplo talco, benzoatos, compuestos a base de fósforo, sorbitoles, compuestos a base de nonitol, o compuestos a base de amidas), así como agentes de deslizamiento y antibloqueo (por ejemplo erucamida, oleamida, sílice natural de talco y sílice sintética, o zeolitas). Preferiblemente los aditivos (A) se seleccionan del grupo que consiste en antioxidantes (por ejemplo fenoles impedidos estéricamente, fosfitos/fosfonitos, antioxidantes que contienen azufre, eliminadores de radical alquilo, aminas aromáticas, estabilizadores de aminas impedidas, o combinaciones de los mismos), desactivadores metálicos (por ejemplo Irganox MD 1024), o estabilizadores UV (por ejemplo estabilizadores frente a la luz de aminas impedidas), agentes antiestáticos o antinebulización (por ejemplo aminas y amidas etoxiladas, o ésteres de glicerol), eliminadores ácidos (por ejemplo estearato de Ca), agentes de expansión, agentes de adhesión (por ejemplo poliisobuteno), lubricantes y resinas (ceras de ionómeros, ceras de copolímero de PE y etileno, ceras de Fischer-Tropsch, ceras a base de montana, compuestos a base de flúor, o ceras de parafina), agentes de nucleación (por ejemplo talco, benzoatos, compuestos a base de fósforo, sorbitoles, compuestos a base de nonitol, o compuestos a base de amidas), agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo (por ejemplo erucamida, oleamida, sílice natural de talco y sílice sintética, o zeolitas) y mezclas de los mismos.

45 Preferiblemente la cantidad total de aditivos (A) en la composición de polipropileno no es más del 5% en peso, más preferiblemente no más del 1% en peso, como en el intervalo del 0,005 al 0,5% en peso, basándose en el peso total de la composición de polipropileno. Preferiblemente los aditivos (A) se introducen en la presente composición de polipropileno en forma de una mezcla de aditivos (AM). La mezcla de aditivos (AM) comprende, preferiblemente consiste en, el polipropileno (PP'), preferiblemente el polipropileno lineal (1-PP), y los aditivos (A). Normalmente la cantidad total de aditivos en la mezcla de aditivos (AM) no es más del 25% en peso, más preferiblemente no más del 20% en peso, como en el intervalo del 5 al 20% en peso basándose en el peso total de la mezcla de aditivos (AM).

55 Tal como se mencionó anteriormente el polipropileno ramificado (b-PP), es decir preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), es la parte dominante en la presente composición de polipropileno. Por consiguiente se prefiere que la composición final de polipropileno muestre un comportamiento reológico similar al del



polipropileno ramificado (b-PP), es decir preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP).

Por tanto la presente composición de polipropileno tiene

5 (a) una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,6 cN, como de más de 5,6 a 20,0 cN, más preferiblemente de más de 5,7 cN, todavía más preferiblemente de 5,7 a 18,0 cN, aún más preferiblemente de 5,7 a 15,0 cN, todavía aún más preferiblemente de 5,8 a 13,0 cN,

y

(b) una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 210 a 300 mm/s, como de más de 220 a 300 mm/s, más preferiblemente de más de 225 mm/s, todavía más preferiblemente de 225 a 300 mm/s, aún más preferiblemente de 230 a 290 mm/s.

10 En una realización preferida la presente composición de polipropileno tiene una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,6 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 210 a 300 mm/s, como una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,6 a 20,0 cN y extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 220 a 300 mm/s, más preferiblemente una  
15 resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,7 cN y extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 225 mm/s, todavía más preferiblemente una resistencia del fundido  $F_{30}$  de 5,7 a 18,0 cN y extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de 225 a 300 mm/s, aún más preferiblemente una resistencia del fundido  $F_{30}$  de 5,7 a 15,0 cN y extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de 230 a 290 mm/s, todavía aún más preferiblemente una resistencia del fundido  $F_{30}$  de 5,8 a 12,0 cN y extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de 230 a 290 mm/s.

Adicional o alternativamente al índice de ramificación, la presente composición de polipropileno puede definirse  
20 adicionalmente mediante el factor de endurecimiento por deformación (SHF). Por consiguiente se prefiere que la presente composición de polipropileno tenga un factor de endurecimiento por deformación (SHF) de al menos 1,7, más preferiblemente de al menos 1,9, aún más preferiblemente en el intervalo de 1,9 a 7,0, todavía más preferiblemente en el intervalo de 1,9 a 6,5 medido a una velocidad de deformación de  $3,0 \text{ s}^{-1}$  y una deformación de Hencky de 2,5.

Un hallazgo esencial de la presente invención es que la presente composición de polipropileno y por tanto las  
25 películas elaboradas a partir de dicha composición de polipropileno (especialmente tal como se define a continuación) muestran un índice de gel OCS reducido. Por consiguiente se prefiere que la presente composición de polipropileno tenga un índice de gel OCS de menos de 1.500, preferiblemente de menos de 1.000, más preferiblemente en el intervalo de 100 a 1.500, aún más preferiblemente en el intervalo de 150 a 1.000, todavía más preferiblemente en el intervalo de 200 a 800.

30 Preferiblemente la presente composición de polipropileno tiene una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de al menos 2,0 g/10 min, preferiblemente en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, más preferiblemente en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, todavía más preferiblemente en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, aún más preferiblemente en el intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, como de 8,0 a 12,0 g/10 min.

Por consiguiente en una realización específica la presente composición de polipropileno tiene

35 (a) una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) de al menos 2,0 g/10 min, preferiblemente en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, más preferiblemente en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, todavía más preferiblemente en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, aún más preferiblemente en el intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, como de 8,0 a 12,0 g/10 min;

40 (b) una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,6 cN, como de más de 5,6 a 20,0 cN, más preferiblemente de más de 5,7 cN, todavía más preferiblemente de 5,7 a 18,0 cN, aún más preferiblemente de 5,7 a 15,0 cN, todavía aún más preferiblemente de 5,8 a 13,0 cN; y

(c) una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 210 a 300 mm/s, como de más de 220 a 300 mm/s, más preferiblemente de más de 225 mm/s, todavía más preferiblemente de 225 a 300 mm/s, aún más preferiblemente de 230 a 290 mm/s.

45 Teniendo en cuenta la información proporcionada anteriormente, la presente invención por ejemplo abarca una composición de polipropileno que comprende

(a) de 80 a 99 partes en peso, preferiblemente de 90 a 99 partes en peso, más preferiblemente de 95 a 99 partes en peso, del polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente del polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP);

(b) de 1 a 20 partes en peso, preferiblemente de 1 a 10 partes en peso, más preferiblemente de 1 a 5 partes en peso, de polipropileno (PP'), preferiblemente del polipropileno lineal (1-PP), que tiene una velocidad de flujo del fundido MFR<sub>2</sub> (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 1 a 18 g/10 min, preferiblemente de 3 a 15 g/10 min, más preferiblemente de 4 a 15 g/10 min, aún más preferiblemente de 5 a 13 g/10 min; y

5 (c) opcionalmente de 0,005 a 5, preferiblemente de 0,005 a 2, más preferiblemente de 0,05 a 1, como de 0,05 a 0,5, partes en peso de aditivos (A), en la que dichos aditivos(A) se seleccionan del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antinebulización, eliminadores ácidos, agentes de expansión, agentes de adhesión, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos;

10 en la que la composición de polipropileno tiene

- una velocidad de flujo del fundido MFR<sub>2</sub> (230°C) de al menos 2,0 g/10 min, preferiblemente en un intervalo de 2,0 a 40,0 g/10 min, más preferiblemente en un intervalo de 4,0 a 30,0 g/10 min, todavía más preferiblemente en un intervalo de 5,0 a 20,0 g/10 min, aún más preferiblemente en el intervalo de 7,0 a 13,0 g/10 min, como de 8,0 a 12,0 g/10 min; y

15 - un índice de gel de menos de 1.500 preferiblemente de menos de 1.000, más preferiblemente en el intervalo de 100 a 1.500, aún más preferiblemente en el intervalo de 150 a 1.000, todavía más preferiblemente en el intervalo de 200 a 800;

y en la que la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) tiene(n)

20 - una resistencia del fundido F<sub>30</sub> de más de 5,6 cN, como de más de 5,6 a 20,0 cN, más preferiblemente de más de 5,7 cN, todavía más preferiblemente de 5,7 a 18,0 cN, aún más preferiblemente de 5,7 a 15,0 cN, todavía aún más preferiblemente de 5,8 a 13,0 cN, y

- una extensibilidad del fundido v<sub>30</sub> de más de 210 a 300 mm/s, como de más de 220 a 300 mm/s, más preferiblemente de más de 225 mm/s, todavía más preferiblemente de 225 a 300 mm/s, aún más preferiblemente de 230 a 290 mm/s.

25 Tal como se mencionó anteriormente, la presente invención también presenta una película que comprende la presente composición de polipropileno descrita en el presente documento. Preferiblemente la película es una película colada o una película soplada. La película puede ser también una película soplada orientada biaxialmente. Las diferencias entre tales películas son conocidas para el experto. En este sentido, se hace referencia al "Polypropylene Handbook", 2ª edición, Nello Pasquini (Ed.), Hanser. Preferiblemente la película comprende al menos el 70% en peso, más preferiblemente al menos el 80% en peso, más preferiblemente al menos el 90% en peso, aún más preferiblemente al menos el 95% en peso, de la presente invención. En una realización preferida la película consiste en la presente composición de polipropileno.

30

Preferiblemente la presente película tiene un índice de gel OCS de menos de 1.500, preferiblemente de menos de 1.000, más preferiblemente en el intervalo de 100 a 1.500, aún más preferiblemente en el intervalo de 150 a 1.000, todavía más preferiblemente en el intervalo de 200 a 800.

35

El presente procedimiento para la fabricación de la composición de polipropileno comprende proporcionar el polipropileno ramificado (b-PP) (etapa (a)), seguido por añadir el polipropileno (PP'), preferiblemente el polipropileno lineal (1-PP), opcionalmente junto con el al menos un aditivo (A) al polipropileno ramificado (b-PP) (etapa (b)). Preferiblemente el polipropileno (PP'), preferiblemente el polipropileno lineal (1-PP), y el al menos un aditivo se añaden al polipropileno ramificado (b-PP) en forma de la mezcla de aditivos (AM).

40

Preferiblemente la etapa (b) se inicia cuando al menos el 70%, preferiblemente al menos el 80%, aún más preferiblemente al menos el 90%, como al menos el 95 o el 99%, de la reacción entre el polipropileno (PP) y el agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente y opcionalmente el monómero insaturado bifuncional ha tenido lugar para obtener el polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP).

45

En una realización preferida, una extrusora, tal como una extrusora de doble husillo, se usa para añadir el polipropileno (PP'), preferiblemente el polipropileno lineal (1-PP), al polipropileno ramificado (b-PP).

El uso de una extrusora es particularmente ventajoso porque puede usarse simultáneamente para la preparación del propileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP). En una realización preferida, se añade polipropileno (sin modificar) a una extrusora junto con, tal como se describió en detalle anteriormente, un agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente, preferiblemente un

50

peróxido, y opcionalmente un monómero insaturado bifuncional, preferiblemente seleccionado de compuestos de divinilo, compuestos de alilo o dienos, para proporcionar el polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), en una etapa (a). También es posible usar una combinación de una extrusora aguas abajo de un dispositivo de premezclado, en el que el monómero insaturado bifuncional y el agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente se añaden al polipropileno en el dispositivo de premezclado. Posteriormente, en una etapa (b) el polipropileno (PP'), preferiblemente el polipropileno lineal (1-PP), o la mezcla de aditivos (AM) basándose en dicho polipropileno (PP'), preferiblemente en dicho polipropileno lineal (1-PP), que comprende el al menos un aditivo (A) se añade preferiblemente al extremo aguas abajo del husillo de la extrusora con el fin de no interferir con la reacción de modificación para proporcionar polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente el polipropileno de alta resistencia del fundido (HMS-PP), tal como se describió anteriormente. En este aspecto, el término "extremo aguas abajo del husillo de la extrusora" se entiende como dentro del último 60% de la longitud del husillo de la extrusora, preferiblemente dentro del último 60% de la longitud de husillo de la extrusora, más preferiblemente al menos el 70% de la longitud del husillo de la extrusora, como al menos el 75% del husillo de la extrusora.

Por consiguiente, la extrusora (E) usada para el presente procedimiento comprende preferiblemente en la dirección de funcionamiento una garganta de alimentación (FT), una primera zona de mezclado (MZ1), una segunda zona de mezclado (MZ2) y un troquel (D), en la que entre la primera zona de mezclado (MZ1) y la segunda zona de mezclado (MZ2) se ubica una garganta de alimentación lateral (SFT). Preferiblemente la extrusora es una extrusora de husillo, como una extrusora de doble husillo. Por consiguiente el polipropileno sin modificar, el agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente, preferiblemente un peróxido, y opcionalmente el monómero insaturado bifuncional y/o el monómero de polímero de bajo peso molecular insaturado multifuncional, preferiblemente seleccionado de compuestos de divinilo, compuestos de alilo o dienos, pero no el polipropileno (PP'), es decir no el polipropileno lineal (1-PP), y no los aditivos (A), se alimentan por medio de la garganta de alimentación (FT), usando de este modo preferiblemente un alimentador, a la extrusora y se pasa(n) posteriormente aguas abajo a través de la primera zona de mezclado (MZ1). Preferiblemente la tensión de corte en dicha primera zona de mezclado (MZ1) es de tal grado que el polipropileno sin modificar se funde y se inicia la reacción química con el agente que forma radicales y con el monómero insaturado bifuncional opcional y/o el polímero de bajo peso molecular insaturado multifuncional. Tras la primera zona de mezclado (MZ1), es decir entre la primera zona de mezclado (MZ1) y la segunda zona de mezclado (MZ2), se añade el polipropileno (PP'), preferiblemente el polipropileno lineal (1-PP), o la mezcla de aditivos (AM), es decir se añade a la extrusora. Preferiblemente el polipropileno (PP'), preferiblemente el polipropileno lineal (1-PP), o la mezcla de aditivos (AM) se añade por medio de la garganta de alimentación lateral (SFT), usando de este modo preferiblemente un alimentador lateral. Posteriormente todos los componentes de la composición de polipropileno, incluyendo el polipropileno (PP'), preferiblemente el polipropileno lineal (1-PP), o la mezcla de aditivos (AM) se pasan aguas abajo a través de la segunda zona de mezclado (MZ2). Finalmente la composición de polipropileno se descarga por medio del troquel (D).

Preferiblemente, la primera zona de mezclado (MZ1) es más larga que la segunda zona de mezclado (MZ2). Preferiblemente la razón de longitud entre la primera zona de mezclado (MZ1) y la segunda zona de mezclado (MZ2) [mm (MZ1) / mm (MZ2)] es de al menos 2/1, más preferiblemente de 3/1, aún más preferiblemente en el intervalo de 2/1 a 15/1, todavía más preferiblemente de 3/1 a 10/1.

La preparación de las películas se realiza conocida en la técnica. Por ejemplo la película puede producirse mediante tecnología de película colada o película soplada. En la tecnología de película colada, la composición de polipropileno fundida se extruye a través de un troquel de extrusión ranurado hacia un rodillo de enfriamiento para enfriar el polímero y dar una película sólida. Normalmente la composición de polipropileno se comprime y se licua en primer lugar en una extrusora, siendo posible añadir ya cualquier aditivo al polímero o introducirlo por medio de una mezcla maestra. La masa fundida se fuerza entonces a través de un troquel de película plana (troquel ranurado), y se quita la película extruida de uno o más rodillos de separación, durante lo cual se enfría y solidifica. Ha demostrado ser particularmente favorable mantener el/los rodillo(s) de separación, por medio de lo cual se enfría y solidifica la película extruida, a una temperatura de desde 10 hasta 50°C, preferiblemente desde 10 hasta 40°C, más preferiblemente desde 12 hasta 35°C. El producto obtenido es una película sin extender que puede extenderse biaxialmente si se desea.

En el procedimiento de película soplada, la composición de polipropileno se extruye a través de un troquel anular y se sopla en una película tubular formando una burbuja que colapsa entre rodillos de laminación tras la solidificación. La extrusión por soplado puede realizarse preferiblemente a una temperatura en el intervalo de 160 a 240°C, y enfriarse con agua o preferiblemente soplando gas (generalmente aire) a una temperatura de 10 a 50°C para proporcionar una altura de línea de congelación de 0,5 a 8 veces el diámetro del troquel. La razón de soplado debe estar generalmente en el intervalo de desde 1,5 hasta 4, tal como desde 2 hasta 4, preferiblemente de 2,5 a 3,5.

Finalmente la presente invención se refiere también al uso de la mezcla de aditivos (AM) que contiene un polipropileno (PP'), preferiblemente un polipropileno lineal (1-PP), y al menos un aditivo (A) en una composición de polipropileno que comprende dicha mezcla de aditivos (AM) y un polipropileno ramificado (b-PP) para reducir el

índice de gel de dicha composición de polipropileno o películas elaboradas a partir de dicha composición de polipropileno, en el que

(a) la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) (como el polipropileno de alta resistencia del fundido (PP)) tiene(n)

- 5 (a1) una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,6 cN, como de más de 5,6 a 20,0 cN, más preferiblemente de más de 5,7 cN, todavía más preferiblemente de 5,7 a 18,0 cN, aún más preferiblemente de 5,7 a 15,0 cN, todavía aún más preferiblemente de 5,8 a 13,0 cN,

y

- 10 (a2) una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 210 a 300 mm/s, como de más de 220 a 300 mm/s, más preferiblemente de más de 225 mm/s, todavía más preferiblemente de 225 a 300 mm/s, aún más preferiblemente de 230 a 290 mm/s;

(b) el polipropileno (PP'), preferiblemente el polipropileno lineal (1-PP), tiene una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) de 1 a 18 g/10 min, preferiblemente de 3 a 15 g/10 min, más preferiblemente de 4 a 15 g/10 min, aún más preferiblemente de 5 a 13 g/10 min; y

- 15 (c) el al menos un aditivo (A) se selecciona del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antinebulización, eliminadores ácidos, agentes de expansión, agentes de adhesión, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos.

- 20 Preferiblemente la reducción del índice de gel se realiza en el caso en que la composición de polipropileno o la película elaborada a partir de la composición de polipropileno tiene un índice de gel OCS de menos de 1.500, preferiblemente de menos de 1.000, más preferiblemente en el intervalo de 100 a 1.500, aún más preferiblemente en el intervalo de 150 a 1.000, todavía más preferiblemente en el intervalo de 200 a 800.

Con respecto a los componentes individuales usados y la composición final de polipropileno, se hace referencia a la información proporcionada anteriormente.

- 25 A continuación, la presente invención se describe en más detalle por medio de ejemplos.

### Ejemplos

#### A. Métodos de medición

Las siguientes definiciones de términos y métodos de determinación aplican para la descripción general anterior de la invención así como para los ejemplos a continuación a menos que se defina de otro modo.

- 30 Contenido en comonomero en polipropileno

El contenido en comonomero se determina mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier cuantitativa (FTIR) tras asignación básica calibrada por medio de espectroscopía de resonancia magnética nuclear (RMN)  $^{13}C$  cuantitativa de manera bien conocida en la técnica. Se prensan películas finas hasta un grosor de 250  $\mu m$  y se registran los espectros en modo de transmisión.

- 35 Específicamente, se determina el contenido en etileno de un copolímero de polipropileno-co-etileno usando el área de pico corregida de referencia de las bandas cuantitativas halladas a 720-722 y 730-733  $cm^{-1}$ . Se evaluaron copolímeros de propileno-1-buteno a 767  $cm^{-1}$ . Los resultados cuantitativos se obtienen basándose en referencia al grosor de película.

- 40 Temperatura de fusión ( $T_m$ ) y calor de fusión ( $H_f$ ), temperatura de cristalización ( $T_c$ ) y calor de cristalización ( $H_c$ ): medidos con calorimetría diferencial de barrido (DSC) Mettler TA820 en muestras de 5 a 10 mg. Se ejecuta la DSC según la norma ISO 3146 / parte 3 / método C2 en un ciclo de calor/ frío / calor con una tasa de barrido de 10°C/min en el intervalo de temperatura de +23 a +210°C. La temperatura de cristalización y el calor de cristalización ( $H_c$ ) se determinan a partir de la etapa de enfriamiento, mientras que la temperatura de fusión y el calor de fusión ( $H_f$ ) se determinan a partir de la segunda etapa de calentamiento. Se mide la  $MFR_2$  (230°C) según la norma ISO 1133
- 45 (230°C, carga de 2,16 kg).

Factor de endurecimiento por deformación (SHF)

El factor de endurecimiento por deformación se define como

$$SHF = \frac{\eta_E^+(t, \dot{\epsilon})}{\eta_{LVE}^+(t)} = \frac{\eta_E^+(t, \dot{\epsilon})}{3\eta^+(t)}$$

en el que  $\eta_E^+(t, \dot{\epsilon})$  es la viscosidad extensional uniaxial; y  $\eta_{LVE}^+(t)$  es tres veces la viscosidad de cizalla dependiente del tiempo  $\eta^+(t)$  en el intervalo lineal de deformación.

- 5 La determinación de la envoltura viscoelástica lineal en extensión  $\eta_{LVE}^+(t)$ , usando un IRIS Rheo Hub 2008, requería el cálculo del espectro del tiempo de relajación discreto de los datos de módulo de pérdida y almacenamiento ( $G'$ ,  $G''$  ( $\omega$ )). Los datos viscoelásticos lineales ( $G'$ ,  $G''$  ( $\omega$ )) se obtienen mediante mediciones de barrido de frecuencias realizadas a 180°C para el polipropileno o a 140°C para polietileno, en un Anton Paar MCR 300 acoplado con placas paralelas de 25 mm. Los principios de cálculo subyacentes usados para la determinación del espectro de relajación discreto se describen en Baumgärtel M, Winter HH, "Determination of the discrete relaxation and retardation time spectra from dynamic mechanical data", Rheol.Acta 28:511519 (1989). IRIS RheoHub 2008 expresa el espectro de tiempo de relajación como una suma de N modos de Maxwell

$$G(t) = G_e \cdot \sum_1^N g_i \cdot e^{-\frac{t}{\lambda_i}}$$

en el que  $g_i$  y  $\lambda_i$  son parámetros materiales y  $G_e$  es el módulo de equilibrio.

- 15 La elección para el número máximo de modos,  $N$  usado para la determinación del espectro de relajación discreto, se realiza usando la opción "óptimo" de IRIS RheoHub 2008. El módulo de equilibrio  $G_e$  se estableció en cero. El ajuste no lineal usado para obtener  $\eta_{LVE}^+(t)$  se lleva a cabo en un IRIS Rheo Hub 2008, usando el modelo Doi-Edwards.

- 20 La viscosidad extensional uniaxial,  $\eta_E^+(t, \dot{\epsilon})$  se obtiene a partir de mediciones de flujo extensional uniaxial, realizados en un Anton Paar MCR 501 acoplado con el elemento extensional Sentmanat (SER-1). La temperatura para las mediciones de flujo extensional uniaxial se estableció a 180°C, aplicando tasas de extensión (deformación)  $\partial\epsilon/\partial t$  que oscilan entre 0,3 s<sup>-1</sup> y 10 s<sup>-1</sup> y que cubren un intervalo de deformación de Hencky

$$\epsilon = \ln [(1 - l_0) / l_0],$$

- 25 siendo  $l_0$  el original y 1 la longitud de fijación de muestra real, desde 0,3 hasta 3,0. Se tomaron precauciones particularmente para la preparación de las muestras para flujo extensional. Se prepararon las muestras mediante moldeo por compresión a 230°C seguido por enfriamiento lento hasta temperatura ambiente (no se usó enfriamiento con aire o agua forzado). Este procedimiento permitió obtener muestras bien formadas libres de esfuerzo residual. Se dejó la muestra durante algunos minutos a la temperatura de prueba para garantizar la estabilidad térmica (temperatura establecida  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ ), antes de llevar a cabo las mediciones de flujo extensional uniaxial.

Resistencia del fundido  $F_{30}$  y extensibilidad del fundido  $v_{30}$

- 30 La prueba descrita en el presente documento sigue la norma ISO 16790:2005.

- 35 El comportamiento de endurecimiento por deformación se determina mediante el método tal como se describe en el artículo "Rheotens-Mastercurves and Drawability of Polymer Melts", M. H. Wagner, Polymer Engineering and Science, vol. 36, páginas 925 a 935. El contenido del documento se incluye por referencia. El comportamiento de endurecimiento por deformación de polímeros se analiza mediante un aparato Rheotens (producto de Göttfert, Siemensstr.2, 74711 Buchen, Alemania) en el que se elonga una hebra fundida estirándola con una aceleración definida.

- 40 El experimento de Rheotens simula procedimientos de hilado y extrusión industriales. En principio se prensa o extruye una masa fundida a través de un troquel redondo y se transporta la hebra resultante. Se registra el esfuerzo en el extruido como función de propiedades de fusión y parámetros de medición (especialmente la razón entre velocidad de salida y transporte, de manera práctica una medida para la tasa de extensión). Para los resultados presentados a continuación, se extruyeron los materiales con un sistema HAAKE Polilab de extrusión de laboratorio y una bomba de engranajes con troquel cilíndrico ( $L/D = 6,0/2,0$  mm). Se preajustó la bomba de engranajes hasta

una velocidad de extrusión de hebra de 5 mm/s, y se estableció la temperatura de fusión hasta 200°C. La longitud de la línea de hilado entre el troquel y las ruedas de Rheotens era de 80 mm. Al inicio del experimento, la velocidad de demanda de las ruedas de Rheotens se ajustó hasta la velocidad de la hebra de polímero extruida (fuerza de tracción cero): Entonces se inició el experimento aumentando lentamente la velocidad de demanda de las ruedas de Rheotens hasta que el filamento de polímero se rompe. La aceleración de las ruedas era suficientemente pequeña de modo que la resistencia a la tracción se midió bajo condiciones casi estacionarias. La aceleración de la hebra fundida estirada es 120 mm/s<sup>2</sup>. Se operó el Rheotens en combinación con el programa de PC EXTENS. Este es un programa de adquisición de datos a tiempo real, que presenta y almacena los datos medidos de resistencia a la tracción y velocidad de estirado. Los puntos finales de la curva Rheotens (fuerza frente a velocidad de rotación de polea) se toman como resistencia del fundido F<sub>30</sub> y valores de aptitud para el estirado.

Índice de gel OCS

1. Aparato

El aparato consiste en una extrusora de laboratorio ME 25/5200 V1 con tres zonas de calentamiento, un adaptador y un troquel de 150 mm de ancho. La unidad de seguimiento abarca un rodillo de enfriamiento CR - 8, diámetro de 140 mm, que incluye dispositivo de calentamiento y enfriamiento Haake C40P (de 15 a 90°C), una cámara de barrido en línea FS -5 / 4096 Pixel (digital dinámica que convierte en imágenes a escala de gris) y una unidad de enrollado con control de tensión automática hasta 10 N.

3. Fijaciones específicas de material para fabricación de película

La fijación de la temperatura para las zonas de calentamiento en el cilindro y el troquel se clasifica para el polipropileno según intervalos de MFR en tres grupos:

Grupo 1: Intervalo de MFR 0,3-2,0 g/10 min (230°C/2,16 kg), temperaturas 220/260/270/280/290°C

Grupo 2: Intervalo de MFR 2,0-10 g/10 min (230°C/2,16 kg), temperaturas 220/230/240/250/260°C

Grupo 3: Intervalo de MFR 10-33 g/10 min (230°C/2,16 kg), temperaturas 200/220/230/240/240°C

Parámetros prefijados:

Velocidad rotacional (husillo): 30 rpm

Velocidad de transporte: 3 m/min;

El grosor de película es 50 µm

4. Medición

Tras el cumplimiento de los siguientes parámetros: En el caso de materiales similares, aprox. 60 min de periodo de rodaje, en el caso de materiales altamente divergentes, aprox. 120 min.

Objetivo: Ajuste de una película homogénea a presión de fusión y temperatura de fusión constante. El área de medición se estandariza a 5 m<sup>2</sup>. La propia medición se termina automáticamente cuando se consigue el área. El informe se imprimirá simultáneamente.

5. Análisis

El número de defectos encontrados se divide en clases, referente a 1/m<sup>2</sup>, según tamaño y se multiplica con el factor de masa, que se añade al índice de gel.

Clase de tamaño 1	100-300 µm	factor de masa x 0,1
Clase de tamaño 2	301-600 µm	factor de masa x 1,0
Clase de tamaño 3	601-1000 µm	factor de masa x 5,0
Clase de tamaño 4	> 1000 µm	factor de masa x 10

Ejemplo:

17 defectos	clase de tamaño 1	$\times 0,1 = 1,7$
5 defectos	clase de tamaño 2	$\times 1,0 = 5,0$
2 defectos	clase de tamaño 3	$\times 5,0 = 10,0$
0 defectos	clase de tamaño 4	$\times 10,0 = 0$

índice de gel = 16,7

**B. Ejemplos**

Polipropileno lineal (1-PP)

1-PP1 es un homopolímero de propileno lineal que tiene una MFR<sub>2</sub> (230°C) de 0,37 g/10 min, una temperatura de fusión T<sub>m</sub> de 164°C, una resistencia del fundido F<sub>30</sub> de 68 cN y extensibilidad del fundido v<sub>30</sub> de 146 mm/s.

- 5 1-PP2 es un homopolímero de propileno lineal que tiene una MFR<sub>2</sub> (230°C) de 3,48 g/10 min, una temperatura de fusión T<sub>m</sub> de 160°C, una resistencia del fundido F<sub>30</sub> de 6,5 cN y extensibilidad del fundido v<sub>30</sub> de 160 mm/s.

1-PP3 es un homopolímero de propileno lineal que tiene una MFR<sub>2</sub> (230°C) de 9,18 g/10 min, una temperatura de fusión T<sub>m</sub> de 162°C, una resistencia del fundido F<sub>30</sub> de 3,0 cN y extensibilidad del fundido v<sub>30</sub> de 160 mm/s.

Mezclas de aditivos

- 10 Se usaron los polipropilenos lineales 1-PP1,1-PP2 y 1-PP3 para proporcionar mezclas de aditivos que contienen aditivos adicionales como una mezcla maestra para incorporar a un polímero de base de polipropileno ramificado. Cada una de las mezclas de aditivos contiene el 87,50% en peso del polipropileno lineal respectivo, el 10,00% en peso de Irganox B 225 FF (antioxidante) y el 2,50% en peso de hidrotalcita. A continuación en la tabla 1, se da un resumen de las propiedades de las mezclas de aditivos resultantes de 1 a 3:

15 Tabla 1: Propiedades de mezclas de aditivos

	MFR <sub>2</sub> [g/10 min]	Polipropileno lineal
Mezcla de aditivos 1	0,37	1-PP1
Mezcla de aditivos 2	3,48	1-PP2
Mezcla de aditivos 3	9,18	1-PP3

**Ejemplos de la invención IE1 a IE4 y ejemplos comparativos CE1 y CE2:**

- 20 Se sometió 1-PP1 a una extrusión reactiva en presencia de butadieno y peróxido tal como se describe a continuación. Se mezclaron previamente tanto el butadieno como el peróxido (las cantidades se indican en la tabla 3) con el polvo 1-PP1 antes de la etapa de mezclado del fundido en un mezclador horizontal con agitador de paletas a una temperatura de 65°C, manteniendo un tiempo de residencia promedio de 15 a 20 minutos. Se transfirió la premezcla bajo atmósfera inerte a una extrusora de doble husillo corrotativo del tipo Theyson TSK60 que tiene un diámetro de barril de 60 mm y una razón L/D de 48 equipado con un husillo de mezcla de alta intensidad que tiene 3 zonas de amasado y una configuración de desgasificación de dos etapas. El perfil de temperatura de fusión se da en la tabla 2. La velocidad del husillo y rendimiento se indica en la tabla 3. En los primeros 3/4 de la longitud de la extrusora se produce el polipropileno ramificado (b-PP). Posteriormente, por medio de un alimentador lateral, es decir en el último 1/4 de la longitud de la extrusora, se alimenta una mezcla de aditivos como se define en la tabla 1 en la extrusora al polipropileno ramificado producido (b-PP) La composición de polipropileno extruída se descargó y se aglomeró. A partir de las películas de aglomerado se han producido tal como se describió anteriormente (índice de gel OCS). Las propiedades finales se indican en la tabla 4.

30 Tabla 2: Perfil de temperatura establecida en la extrusora

Zona		1 a 6	7	8 y 9	10 y 11	12	13	14
Temperatura	[°C]	240	230	220	230	240	230	220

Tabla 3: Condiciones de procedimiento

		IE 1	IE 2	IE 3	IE 4	CE 1	CE 2
Peróxido*	[% en peso]	0,3	0,3	0,475	0,475	0,3	0,475
Butadieno*	[% en peso]	0,33	0,44	0,46	0,55	0,44	0,33
Velocidad de husillo	[rpm]	450	450	450	450	450	450
Rendimiento	[kg/h]	225	225	225	225	225	225
Mezcla de	[tipo]	2	3	2	3	1	1

## ES 2 634 762 T3

aditivos							
mezcla de aditivos*	[% en peso]	2	2	2	2	2	2
* basado en la cantidad total de la composición de polipropileno							

Tabla 4: Propiedades de composición de polipropileno

	MFR <sub>2</sub>	F <sub>30</sub>	V <sub>30</sub>	Índice de gel OCS
	[g/10 min]	[cN]	[mm/s]	[-]
IE1	7,6	6,0	239	663
IE2	7,3	6,7	237	332
IE3	11,4	5,7	252	1777
IE4	9,5	7,0	250	408
CE1	4,9	9,7	237	1396
CE2	10,4	5,1	246	100674

5 Puede prepararse una composición adecuada de polipropileno que tiene una alta resistencia del fundido incorporando una mezcla de aditivos como una mezcla maestra en un polipropileno ramificado. Cuando se usa una mezcla maestra (mezcla de aditivos) que tiene una velocidad de flujo del fundido superior, la composición de polipropileno resultante tiene un índice de gel OCS bajo y, por tanto, una apariencia óptica favorable. Experimentos adicionales han mostrado que las mezclas de aditivos no tienen efecto en los valores de MFR<sub>2</sub>, F<sub>30</sub> y V<sub>30</sub>, sin embargo afectan mucho de manera negativa al índice de gel OCS. Todos los ejemplos en los que el polipropileno ramificado no se ha mezclado con las mezclas de aditivos 1 a 3 mostraron los mismos valores de MFR<sub>2</sub>, F<sub>30</sub> y V<sub>30</sub>.



**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para proporcionar una composición de polipropileno que tiene una alta resistencia del fundido, comprendiendo el procedimiento las etapas de:

5 (a) proporcionar un polipropileno ramificado (b-PP) que tiene una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 200 mm/s, en el que la resistencia del fundido  $F_{30}$  y la extensibilidad del fundido  $v_{30}$  se miden según la norma ISO 16790:2005, en el que el polipropileno ramificado (b-PP) se proporciona haciendo reaccionar un polipropileno (PP) con un agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente;

10 (b) añadir al polipropileno ramificado (b-PP) un polipropileno lineal (1-PP) que tiene una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 1 a 18 g/10 min, en el que el polipropileno lineal (1-PP) comprende al menos un aditivo (A) seleccionado del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antinebulización, eliminadores ácidos, agentes de expansión, agentes de adhesión, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos, y en el que de 1 a 5 partes en peso del polipropileno lineal (1-PP) se añaden a de 95 a 99 partes en peso de polipropileno ramificado (b-PP).

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el polipropileno ramificado (b-PP) se proporciona haciendo reaccionar un polipropileno (PP) con un peróxido, y/u opcionalmente con un monómero insaturado bifuncional, preferiblemente seleccionado de compuestos de divinilo, compuestos de alilo o dienos, obteniendo de este modo el polipropileno ramificado (b-PP).

20 3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que la etapa (b) se inicia cuando ha tenido lugar al menos el 80% de la reacción entre el polipropileno (PP) y el agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente y opcionalmente el monómero insaturado bifuncional.

25 4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la etapa (a) y (b) se realizan en una extrusora, dicha extrusora comprende en la dirección de funcionamiento una primera zona de mezclado (MZ1) y una segunda zona de mezclado (MZ2), en el que la etapa (a) adicional tiene lugar en la primera zona de mezclado (MZ1) mientras que la etapa (b) tiene lugar en la segunda zona de mezclado (MZ2),

30 en el que preferiblemente la extrusora comprende en la dirección de funcionamiento una garganta de alimentación (FT), la primera zona de mezclado (MZ1), la segunda zona de mezclado (MZ2) y un troquel (D), en el que entre la primera zona de mezclado (MZ1) y la segunda zona de mezclado (MZ2) se ubica una garganta de alimentación lateral (SFT), en el que además el polipropileno (PP), el agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente, y opcionalmente el monómero insaturado bifuncional se alimentan por medio de la garganta de alimentación (FT) y el polipropileno lineal (1-PP) se alimenta por medio de la garganta de alimentación lateral (SFT);

y en el que más preferiblemente

35 (a) la reacción entre el polipropileno (PP) y el agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente y opcionalmente el monómero insaturado bifuncional tiene lugar en la primera zona de mezclado (MZ1),

y/o

(b) no más del 10% en peso de la cantidad total del polipropileno ramificado (b-PP) de la composición de polipropileno se produce en la segunda zona de mezclado (MZ2).

5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que

40 (a) de 1 a 3 partes en peso del polipropileno lineal (1-PP) se añaden a de 97 a 99 partes en peso de polipropileno ramificado (b-PP), preferiblemente en el que 2 partes en peso del polipropileno lineal (1-PP) se añaden a 98 partes en peso de polipropileno ramificado (b-PP),

y/o

(b) el polipropileno ramificado (b-PP) está libre de aditivos (A),

45 y/o

(c) las composiciones de polipropileno resultantes tienen una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 cN y una

extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 200 mm/s, en el que la resistencia del fundido  $F_{30}$  y la extensibilidad del fundido  $v_{30}$  se miden según la norma ISO 16790:2005;

y/o

(d) un índice de gel de menos de 1.500.

5 6. Composición de polipropileno que comprende

(a) de 95 a 99 partes en peso de un polipropileno ramificado (b-PP) obtenible haciendo reaccionar un polipropileno (PP) con un agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente; y

(b) de 1 a 5 partes en peso de un polipropileno lineal (1-PP) que tiene una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 1 a 18 g/10 min, preferiblemente desde 3 hasta 15 g/10 min;

10 en la que la composición de polipropileno tiene

- una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 8 a 13 g/10 min, y

- un índice de gel de menos de 1.500;

y en la que además la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) tiene(n)

- una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 cN, preferiblemente de 5,8 a 13,0 cN, y

15 - una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 210 a 300 mm/s, preferiblemente de 230 a 290 mm/s,

en la que la resistencia del fundido  $F_{30}$  y la extensibilidad del fundido  $v_{30}$  se miden según la norma ISO 16790:2005 y en la que la composición de polipropileno comprende al menos un aditivo (A) seleccionado del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antinebulización, eliminadores ácidos, agentes de expansión, agentes de adhesión, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos.

20

7. Composición de polipropileno que comprende

(a) de 95 a 99 partes en peso de un polipropileno ramificado (b-PP) obtenible haciendo reaccionar un polipropileno (PP) con un agente que forma radicales libres que se descomponen térmicamente; y

(b) de 1 a 5 partes en peso de un polipropileno lineal (1-PP) que tiene una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 1 a 18 g/10 min, preferiblemente desde 3 hasta 15 g/10 min;

25

en la que la composición de polipropileno tiene

- una velocidad de flujo del fundido  $MFR_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 4 a por debajo de 8 g/10 min, y

- un índice de gel de menos de 1.300;

30 y en la que además la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) tiene(n)

- una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 cN, preferiblemente de más de 6,0 a 13,0 cN, y

- una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 200 mm/s, preferiblemente de 230 a 290 mm/s, en la que la resistencia del fundido  $F_{30}$  y la extensibilidad del fundido  $v_{30}$  se miden según la norma ISO 16790:2005,

35

y en la que la composición de polipropileno comprende al menos un aditivo (A) seleccionado del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antinebulización, eliminadores ácidos, agentes de expansión, agentes de adhesión, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos.

8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 5 o composición de polipropileno según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 7, en el que la composición de propileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP)

## ES 2 634 762 T3

tiene(n) un factor de endurecimiento por deformación (SHF) de al menos 1,9, preferiblemente en el intervalo de 1,9 a 7,0, más preferiblemente en el intervalo de 1,9 a 6,5, medido a una velocidad de deformación de  $3,0 \text{ s}^{-1}$  y una deformación de Hencky de 2,5.

5 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 o composición de propileno según la reivindicación 6 ó 7, en el que el polipropileno lineal (1-PP) tiene una velocidad de flujo del fundido  $\text{MFR}_2$  (230°C) de 3 a 15 g/10 min, preferiblemente de 4 a 15 g/10 min, más preferiblemente de 5 a 13 g/10 min.

10. Película que comprende la composición de polipropileno según cualquiera de las reivindicaciones anteriores 6 a 9.

10 11. Uso de una mezcla de aditivos (AM) que contiene un polipropileno lineal (1-PP) y al menos un aditivo (A) en una composición de polipropileno que comprende dicha mezcla de aditivos (AM) y un polipropileno ramificado (b-PP) para reducir el índice de gel de dicha composición de polipropileno o películas elaboradas a partir de dicha composición de polipropileno, en el que

15 (a) la composición de polipropileno y/o el polipropileno ramificado (b-PP) tiene(n) una resistencia del fundido  $F_{30}$  de más de 5,5 cN y una extensibilidad del fundido  $v_{30}$  de más de 200 mm/s, en el que la resistencia del fundido  $F_{30}$  y la extensibilidad del fundido  $v_{30}$  se miden según la norma ISO 16790:2005,

(b) el polipropileno lineal (1-PP) tiene una velocidad de flujo del fundido  $\text{MFR}_2$  (230°C) medida según la norma ISO 1133 de 1 a 18 g/10 min, y

20 (c) el al menos un aditivo (A) se selecciona del grupo que consiste en antioxidantes, desactivadores metálicos, estabilizadores UV, agentes antiestáticos, agentes antinebulización, eliminadores ácidos, agentes de expansión, agentes de adhesión, lubricantes, agentes de nucleación, agentes de deslizamiento, agentes antibloqueo y mezclas de los mismos.

12. Uso según la reivindicación 11, en el que la reducción del índice de gel se realiza en caso de que la composición de polipropileno o la película elaborada a partir de la composición de polipropileno tiene un índice de gel de menos de 1.500.

25 13. Uso según la reivindicación 11 ó 12, en el que

(a) la composición de polipropileno,

y/o

(b) polipropileno ramificado (b-PP)

y/o

30 (c) el polipropileno lineal (1-PP)

se definen adicionalmente según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 15.