

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 638 071**

51 Int. Cl.:

**B29C 47/50** (2006.01)

**C09J 123/12** (2006.01)

**B29C 47/92** (2006.01)

**B29C 47/10** (2006.01)

**B29C 47/38** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.07.2011 PCT/EP2011/062892**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.02.2012 WO12013699**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.07.2011 E 11735882 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.06.2017 EP 2598308**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de un adhesivo por medios de extrusión**

30 Prioridad:

**15.09.2010 EP 10176813**  
**27.07.2010 DE 102010038488**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**18.10.2017**

73 Titular/es:

**HENKEL AG & CO. KGAA (100.0%)**  
**Henkelstrasse 67**  
**40589 Düsseldorf, DE**

72 Inventor/es:

**KASPER, DIRK;**  
**HOFFMANN, KNUT;**  
**PADURSCHEL, PETRA;**  
**MÖLLER, THOMAS;**  
**HOFFMANN, GUNTER;**  
**LOTZ, JÜRGEN y**  
**ROMAGUERA MATAS, JORDI**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 638 071 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la fabricación de un adhesivo por medios de extrusión

5 La presente invención se relaciona con un procedimiento para fabricar un adhesivo por extrusión, en el que el adhesivo comprende al menos un (co)polímero de polipropileno degradado y al menos un aditivo adicional.

10 La degradación de (co)polímeros de polipropileno con la ayuda de extrusores es bien conocida. Mediante la acción de fuerzas de cizallamiento a alta temperatura, el peso molecular de (co)polímeros de polipropileno puede reducirse o degradarse de manera controlada debido a la tensión termomecánica resultante. Un aumento adicional de la eficiencia del procedimiento de degradación es posible cuando el procedimiento citado se lleva a cabo en presencia de donantes de radicales, tales como por ejemplo peróxidos.

15 En este contexto, el documento DE 4000695 C2, por ejemplo, describe un procedimiento para la fabricación de poli-alfa-olefinas esencialmente amorfas que se fabrican a partir de poli-alfa-olefinas amorfas de alto peso molecular por tensión de cizallamiento por encima del punto de reblandecimiento en la presencia de un donador de radicales, en el que la viscosidad en estado fundido de la poli-alfa-olefina amorfa de alto peso molecular está al menos reducida a la mitad. Las poli-alfa-olefinas amorfas fabricadas de esta manera pueden usarse en compuestos de recubrimiento cargados para alfombras o para adhesivos de fusión en caliente.

20 Además, el documento WO 2001/46277 A2 divulga un procedimiento para fabricar una composición adhesiva de fusión en caliente que comprende un copolímero de propileno de etileno degradado, en el que un polímero de partida se degrada por tensión termomecánica en la presencia de un donador de radicales. El copolímero de propileno de etileno degradado puede mezclarse antes o después de su fabricación con otros polímeros con el fin de obtener mezclas de polímeros.

25 En los documentos US 3 862 265 A y US 5 651 927 A se divulgan procedimientos adicionales para la fabricación de adhesivos en un extrusor. En procedimientos convencionales la adición de aditivos adicionales a un polímero antes de llevar a cabo el procedimiento de degradación en un extrusor es desventajosa porque en el curso del procedimiento de degradación puede producirse una reticulación o interacción química difícilmente controlable entre polímero y aditivo. De manera similar, la adición posterior de aditivos adicionales para fabricar un adhesivo es desventajosa. Esto generalmente requiere que el producto de extrusión ya degradado se vuelva a fundir, lo que implica un alto consumo de energía y una tensión termomecánica renovada del polímero degradado, por lo que sus propiedades, tales como por ejemplo su estabilidad térmica bajo carga y/o cohesión pueden empeorar.

30 Por consiguiente, el objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento mejorado para la fabricación de adhesivos, tales como por ejemplo adhesivos de fusión en caliente.

35 El presente objetivo se logra mediante el procedimiento inventivo para la fabricación de un adhesivo por medios de extrusión.

40 En el procedimiento de acuerdo con la invención, la degradación termomecánica de un (co)polímero de polipropileno ocurre mediante una tensión de cizallamiento en una primera sección de extrusión, mientras que en una segunda sección de extrusión el adhesivo se fabrica añadiendo y mezclando al menos un aditivo bajo una tensión de cizallamiento, en la que la primera y segunda secciones de extrusión están unidas de tal manera que el (co)polímero de polipropileno degradado se transfiere en estado fundido desde la primera sección de extrusión a la segunda sección de extrusión.

45 Por lo tanto, la presente invención se relaciona con un procedimiento para fabricar un adhesivo por extrusión, en el que el adhesivo comprende al menos un (co)polímero de polipropileno degradado y al menos un aditivo adicional. El procedimiento comprende las siguientes etapas:

50 a) alimentar un (co)polímero de polipropileno en una primera sección de extrusión y posterior degradación termomecánica del (co)polímero de polipropileno en la primera sección de extrusión por tensión de cizallamiento para fabricar un (co)polímero de polipropileno degradado, en el que la temperatura de la primera sección de extrusión está por encima del punto de reblandecimiento del (co)polímero de polipropileno;

55 b) transferir el (co)polímero de polipropileno degradado de la primera sección de extrusión a una segunda sección de extrusión;

60 c) alimentar al menos un aditivo en la segunda sección de extrusión y subsiguiente mezcla con el (co)polímero de polipropileno degradado en la segunda sección de extrusión bajo tensión de cizallamiento para fabricar el adhesivo;

65 en la que la viscosidad en estado fundido, determinada a 200°C, del polipropileno de (co)polímero degradado al entrar en la segunda sección de extrusión es menos de 70% de la viscosidad en estado fundido, asimismo determinada a 200°C del (co)polímero de polipropileno y la temperatura más alta en la segunda sección de extrusión es menor que la

temperatura más alta de la primera sección de extrusión, y la primera y segunda secciones de extrusión están conectadas de tal manera que el (co)polímero de polipropileno degradado se transfiere en el estado fundido desde la primera a la segunda sección de extrusión.

5 El procedimiento de acuerdo con la invención está caracterizado por una alta eficiencia de procedimiento y un bajo consumo de energía, de modo que desde el punto de vista ecológico puede considerarse ventajoso. Además, en comparación con los adhesivos producidos convencionalmente, los adhesivos resultantes poseen generalmente propiedades mejoradas, especialmente con respecto a la estabilidad térmica bajo carga y/o cohesión.

10 En el contexto de la presente invención, un (co)polímero de polipropileno indica tanto homopolímeros de polipropileno como copolímeros de propileno con otros comonómeros, tales como etileno y/o alfaolefinas C<sub>4</sub> a C<sub>20</sub>. En el contexto de la presente invención, el término "(co)polímero de polipropileno" también incluye, además de un (co)polímero de polipropileno, mezclas de diferentes (co)polímeros de polipropileno o mezclas de (co)polímeros de polipropileno con otros polímeros.

15 En el contexto de la presente invención, el estado fundido del (co)polímero de polipropileno degradado se define como una condición en la que la proporción del módulo G" viscoso al módulo G' elástico es igual o mayor que 1. El módulo G" viscoso y el módulo G' elástico del (co)polímero de polipropileno degradado se miden bajo condiciones idénticas. En una realización de la presente invención, el módulo G" viscoso y el módulo G' elástico se determinan cada uno usando un instrumento nano Bohlin Gemini HR (geometría de placa-placa, temperatura de 20° C a 200°C) de Malvern Instruments GmbH.

20 En una cierta realización de la presente invención, la transferencia del (co)polímero de polipropileno degradado en estado fundido desde la primera sección de extrusión a la segunda sección de extrusión indica que el (co)polímero de polipropileno degradado se transfiere por encima de su punto de reblandecimiento desde la primera sección de extrusión en la segunda sección de extrusión.

25 El "punto de reblandecimiento" del (co)polímero de polipropileno y el (co)polímero de polipropileno degradado se determina mediante el método de "anillo y bola" de ASTM E-28, preferiblemente usando una máquina de anillo y bola HRB 754 de la empresa Walter Herzog GmbH.

30 En el contexto de la presente invención, la viscosidad en estado fundido de cada polímero se determina a 200°C, preferiblemente usando un viscosímetro Brookfield Thermosell RVT (obtenible de Brookfield Engineering Laboratories, Inc., Stoughton, Massachusetts, EEUU). Se usa un eje 27 para viscosidades de hasta 100.000 mPa·s, mientras que un eje 29 se usa para determinar viscosidades en estado fundido por encima de 100.000 mPa·s. La velocidad de rotación del eje elegido se ajusta preferiblemente de manera que, a 200 °C, las lecturas de torque se encuentran en el intervalo de 10 a 95%, más preferiblemente de aproximadamente 50%.

35 En el contexto de la presente invención, el término "degradación termomecánica" se entiende que indica el proceso de acortamiento de cadena del polímero y degradación que reduce el peso molecular del (co)polímero de polipropileno que ocurre en el extrusor bajo la acción del calor y de la tensión de cizallamiento.

40 En el contexto de la presente invención, el término "(co)polímero de polipropileno degradado" se entiende que indica el polímero que se fabrica a partir del (co)polímero de polipropileno por degradación termomecánica en un extrusor. Aquí, el peso molecular promedio ponderado (M<sub>w</sub>) del (co)polímero de polipropileno degradado medido bajo condiciones comparables es siempre más pequeño que el peso molecular promedio ponderado (M<sub>w</sub>) del (co)polímero de polipropileno.

45 En el contexto de la presente invención, un "aditivo" se entiende que indica un ingrediente adhesivo que se añade después de haber llevado a cabo o al final de la degradación termomecánica, en la que el aditivo no incurre esencialmente en ninguna reacción química con el (co)polímero de polipropileno degradado. En el contexto de la presente invención, el término "no incurre esencialmente en ninguna reacción química" se entiende que indica que durante o al final del procedimiento de formulación menos de 0.5% en peso, preferiblemente menos de 0.1% en peso y especialmente menos de 0.01 % en peso del aditivo añadido experimentan una reacción química con el (co)polímero de polipropileno degradado, por ejemplo en forma de una reacción de injerto.

50 El término "polímero" usado en relación con la descripción del extrusor se entiende que indica tanto (co)polímeros de polipropileno como también los (co)polímeros de polipropileno degradados correspondientes de la presente invención. Además, el término incluye cualquier mezcla que comprende al menos uno de los polímeros mencionados anteriormente.

55 En el contexto de la presente invención, el término "extrusor" puede preferiblemente indicar tanto extrusores de tornillo único como de extrusores de tornillo doble. Estos últimos son técnicamente más complejos y están disponibles en varios tipos. Se distingue entre modelos de co- y contra-rotación, entrelazados o tangenciales, longitudinales o transversales, abiertos o cerrados y cilíndricos o cónicos. También pueden usarse extrusores de composición, de expansión o

extrusores planetarios. Preferiblemente, se usa al menos un extrusor de doble tornillo para el procedimiento de acuerdo con la invención.

5 Un extrusor usable puede incluir un alojamiento con un lado de alimentación y un lado de descarga, en el que el alojamiento puede estar situado al menos un tornillo giratorio, desde la raíz de tornillo de la cual se extiende, por ejemplo, un vuelo circunferencial que funciona helicoidalmente. El alojamiento en el lado de alimentación puede tener al menos una abertura de alimentación para el polímero que se va a procesar en el extrusor así como opcionalmente una o más aberturas de alimentación para aditivos, adyuvantes y/o auxiliares y puede, al menos cerca del lado de descarga, tener al menos una abertura de eliminación de gases, sobre la que se puede aplicar un vacío, por ejemplo, especialmente para succionar componentes volátiles del polímero.

10 El alojamiento, especialmente el cilindro para uno o más tornillos extrusores, se puede calentar y/o enfriar preferiblemente en al menos alguna zona con el fin de influir en la temperatura del polímero. Adicionalmente o alternativamente, también es concebible equipar un tornillo con un medio de flujo para un líquido de intercambio de calor. De esta manera, el extrusor puede comprender una o más zonas de temperatura. El extrusor tiene preferiblemente una pluralidad de zonas de temperatura diferentes, en las que la temperatura de las mismas puede regularse independientemente entre sí.

15 Un extrusor usable también puede poseer una pluralidad de zonas de extrusión. En el contexto de la presente invención, una "zona extrusora" se entiende que indica zonas funcionales del extrusor, tal como por ejemplo una zona de alimentación, en la que el polímero que se va a procesar se alimenta, por ejemplo, a través de una tolva a la abertura de alimentación en el extrusor y, por ejemplo, transportado adicionalmente por uno o más tornillos extrusores; una zona de medida o zona de compresión, especialmente para fundir o plastificar el polímero, o una zona de degradación o zona de alta temperatura. Otro ejemplo de una zona de extrusión que se puede usar es una zona de mezcla, una zona de eliminación de gas o una zona de descarga o medición, en la que por ejemplo se puede homogeneizar una masa fundida de polímero y llevarla a la temperatura de procesamiento deseada.

20 El extrusor incluye además al menos dos secciones de extrusión. En el contexto de la presente invención, el término "sección de extrusión" se entiende que indica una sección funcional de cualquier desarrollo y tamaño, que puede contener una pluralidad de zonas de extrusión. En la primera sección de extrusión, el polímero que se introduce a través de la abertura de alimentación se degrada termomecánicamente. La segunda sección de extrusión comienza con una zona de alimentación donde se añade el al menos un aditivo de la presente invención. Es inventivamente concebible que ambas y opcionalmente otras secciones de extrusión estén provistas dentro de un extrusor. Alternativamente, sin embargo, también es concebible que se proporcione un extrusor separado para cada una de las secciones de extrusión empleadas. Preferiblemente, sin embargo, sólo se usa un extrusor para ambas secciones de extrusión, porque esta construcción puede tener una eficiencia superior, por ejemplo, especialmente debido al espacio de suelo reducido con respecto a dos extrusores; además, requiere menor mantenimiento y necesita sólo una unidad para el tornillo del extrusor.

25 Las lecturas de temperatura y las proporciones de temperatura usadas en la presente invención no se refieren a las temperaturas o proporciones de temperatura de los componentes del extrusor, de las zonas de extrusión o de las propias secciones de extrusión, sino más bien a la temperatura del polímero que está localizada en los componentes, zonas o secciones correspondientes. La temperatura del polímero en estas áreas se puede determinar por diversas técnicas de medición comúnmente usadas en tecnología de extrusión y conocidas por la persona experta en la técnica.

30 De acuerdo con la invención, la primera sección de extrusión tiene al menos una zona de alta temperatura que es preferiblemente la zona donde el polímero tiene la temperatura más alta de todo el procedimiento, en la que la temperatura está por encima del punto de reblandecimiento del (co)polímero de polipropileno. Esta temperatura puede alcanzarse ya sea a partir de la fricción interna del (co)polímero de polipropileno en la extrusora o en la zona de extrusión respectiva, o adicionalmente o alternativamente por medio de los dispositivos de calentamiento provistos para ello. La temperatura deseada se obtiene preferiblemente principalmente a través de fricción interna del polímero por medio del diseño explícito del extrusor en la zona de alta temperatura, en la que se proporcionan dispositivos adicionales de calentamiento y/o enfriamiento en el cilindro y/o en los tornillos del extrusor, con el fin de proporcionar la posibilidad de ajuste fino de la temperatura.

35 Además, se pretende inventivamente que la temperatura del polímero en la totalidad de la segunda sección de extrusión sea inferior a la temperatura del polímero en la zona de alta temperatura anteriormente mencionada de la primera sección de extrusión. Para el caso donde la segunda sección de extrusión incluye una pluralidad de zonas de extrusión, la temperatura de todas las zonas de extrusión es menor que la temperatura de la zona de alta temperatura de la primera sección de extrusión. La temperatura en la segunda sección de extrusión también se puede regular, como se ha descrito anteriormente, por fricción interna del polímero y/o por dispositivos de calentamiento y/o enfriamiento provistos para esto.

40 De acuerdo con la invención, también es ventajoso cuando la proporción de la temperatura más alta de la primera sección de extrusión, preferiblemente la temperatura de la zona de alta temperatura a la temperatura más alta de la

segunda sección de extrusión, es de 1.05 a 1.55, porque de esta manera se obtienen adhesivos que exhiben una homogeneidad particularmente buena.

5 El extrusor que se usa tiene preferiblemente una zona de alimentación, una zona de plastificación, una zona de degradación y opcionalmente una zona para aumentar la temperatura preferiblemente en la primera sección de extrusión. Aquí, el extrusor está diseñado preferiblemente de modo que se puedan alcanzar temperaturas de polímero entre 10°C y 40°C en la zona de alimentación, de 10°C a 200°C en la zona de plastificación, de 150°C a 350°C en la zona de degradación y 200°C a 400°C en la zona opcional para aumentar la temperatura, la última preferiblemente que  
10 corresponde a un aumento de temperatura sobre la zona de alta temperatura de 10°C a 50°C adicionales. La temperatura se alcanza preferiblemente mediante un diseño adecuado del tornillo extrusor, en el que los dispositivos de calentamiento y/o enfriamiento pueden ser empleados opcionalmente únicamente para el ajuste fino de la temperatura y control de temperatura del procedimiento. También se puede instalar una zona para aumentar la temperatura.

15 De acuerdo con la invención, la primera y segunda secciones de extrusión están conectadas de tal manera que el (co)polímero de polipropileno degradado en la primera sección de extrusión se transfiere en estado fundido desde la primera a la segunda sección de extrusión. Para el caso donde las secciones de extrusión están formadas dentro de una extrusora, la temperatura en la segunda sección de extrusión también se puede regular, como se ha descrito anteriormente, por fricción interna del polímero y/o por dispositivos de calentamiento y/o enfriamiento provistos para esto. Cuando se usa un extrusor para cada sección de extrusión, entonces se usan preferiblemente medios adecuados  
20 para mantener el polímero en su estado fundido.

En este caso es concebible usar un sistema de transferencia que es calentado por dispositivos adecuados de calentamiento y situado entre el lado de descarga del primer extrusor y el lado de alimentación del segundo extrusor.

25 Los adhesivos que se fabrican en el procedimiento de acuerdo con la invención se refieren particularmente a adhesivos de fusión en caliente. En el contexto de la presente invención, se entiende por "adhesivos de fusión en caliente" los adhesivos que se aplican como una masa fundida sobre las partes que se van a unir y cuando se enfrían y solidifican.

30 Es ventajoso fabricar adhesivos de fusión en caliente por medio del procedimiento de acuerdo con la invención porque pueden obtenerse directamente sin llevar a cabo un paso de formulación adicional requerida de otro modo que incluya una fusión renovada del polímero.

35 En el procedimiento de la presente invención se pueden usar una o varias mezclas de (co)polímeros de polipropileno diferentes. El (co)polímero de polipropileno usado en el procedimiento de acuerdo con la invención es especialmente un copolímero de poliolefina que comprende, en forma polimerizada, además de propileno, al menos otro comonomero que se selecciona preferiblemente de etileno y/o alfa-olefinas C<sub>4</sub> a C<sub>20</sub>. Las alfa-olefinas preferidas de C<sub>4</sub> a C<sub>20</sub> incluyen buteno, penteno, hexeno, hepteno, octeno, noneno, deceno, dodeceno, 4-metil-1-penteno, 3,5,5-trimetil-1-hexeno y 5-etil-1-noneno. En una realización de la invención, se usan terpolímeros en base a propileno, etileno y alfa-olefinas C<sub>4</sub> a C<sub>20</sub> como el (co)polímero de polipropileno.

40 Por ejemplo, pueden usarse mezclas poliméricas de (co)polímeros de polipropileno y cauchos EPR y/o cauchos EPDM en el procedimiento de acuerdo con la invención.

45 En el contexto de la presente invención, el término "caucho EPR" se refiere a copolímeros elastoméricos de etileno y propileno, en los que los polímeros citados están opcionalmente modificados con monómeros funcionales y/o grupos funcionales.

50 El término "caucho EPDM" se refiere a terpolímeros elastoméricos que contienen propileno, etileno y al menos un dieno, en los que el dieno es seleccionado preferiblemente de 1,4-hexadieno, norbornadieno, etilideno norborneno, dicitlopentadieno, butadieno e isopreno. Los polímeros citados pueden ser opcionalmente modificados con monómeros funcionales adicionales y/o grupos funcionales.

55 Los cauchos EPR y EPDM están comercialmente disponibles, por ejemplo, de Exxon Chemical Company bajo el nombre comercial Vistalon® y de DMS Polymers, Inc., bajo el nombre comercial Kelton®. Los cauchos de EPDM modificados funcionalmente que comprenden grupos anhídrido son comercializados por Exxon Chemical Company bajo el nombre comercial Exxelor®.

60 La mezcla polimérica descrita puede fabricarse, por ejemplo, mezclando mecánicamente al menos un caucho EPR/EPDM con al menos un (co)polímero de polipropileno. Alternativamente, la mezcla polimérica anteriormente mencionada también puede fabricarse in situ en la forma de una aleación polimérica por polimerización gradual en un solo reactor o una serie de reactores paralelos. Un ejemplo de tal fabricación in situ es el procedimiento Catalloy desarrollado por Montell North America Inc. El procedimiento Catalloy puede usarse por ejemplo para obtener olefinas termoplásticas (TPO) del tipo Adflex (LyondellBasell) que representan mezclas o aleaciones de cauchos EPR con (co)polímeros de polipropileno, y en el contexto de la presente invención, se pueden usar ventajosamente como  
65 materiales de partida en el procedimiento de acuerdo con la invención.

Si se usan mezclas de (co)polímeros de polipropileno y cauchos EPR y/o cauchos EPDM en el procedimiento de acuerdo con la invención, entonces se prefiere que el contenido de cauchos EPR o EPDM represente 5% en peso a 80%, preferiblemente 20% en peso a 70% en peso, cada uno en base a la cantidad total de (co)polímeros de polipropileno y cauchos EPR y/o cauchos EPDM. De esta manera, después de que se ha llevado a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención, se pueden obtener adhesivos, tales como por ejemplo adhesivos de fusión en caliente, que exhiben una alta cohesión y flexibilidad.

La fracción de propileno en el (co)polímero de polipropileno de la presente invención está comprendida preferiblemente entre 50 y 99% en peso, especialmente entre 60 y 95% en peso y particularmente preferiblemente entre 65 y 90% en peso, cada uno en base al peso total del (co)polímero de polipropileno. Los (co)polímeros de polipropileno que poseen las fracciones en peso de propileno anteriormente mencionadas son particularmente ventajosos, como en el procedimiento de acuerdo con la invención, los (co)polímeros citados pueden convertirse particularmente de manera efectiva en los productos de degradación respectivos mediante degradación termomecánica que proporciona una fuerte reducción en peso molecular y una viscosidad disminuida.

En la medida en que esté presente, la fracción de etileno en el (co) polímero de polipropileno de la presente invención está preferiblemente entre 1 y 35% en peso y particularmente de manera preferible entre 2 y 25% en peso, cada uno en base al peso total de (co)polímero de polipropileno. Los (co)polímeros de polipropileno con las fracciones en peso de etileno antes mencionadas pueden asimismo ser convertidos efectivamente en los productos de degradación respectivos.

El peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) del (co)polímero de polipropileno de la presente invención está preferiblemente entre 100 000 g/mol y 3 000 000 g/mol, de manera particular preferiblemente 150 000 g/mol a 1 000 000 g/mol y de manera particular preferiblemente 250 000 a 750 000 g/mol, en el que el peso molecular promedio ponderado en el contexto de esta invención se determina por cromatografía de permeación de gel (GPC) que usa un estándar de poliestireno.

El uso de (co)polímeros de polipropileno de alto peso molecular con un peso molecular promedio ponderado de al menos 100 000 g/mol, preferiblemente al menos 150 000 g/mol y particularmente al menos 250 000 g/mol, es ventajoso como los citados (co)polímeros que pueden fabricarse de manera rentable y pueden degradarse eficientemente a los (co)polímeros de polipropileno degradados de la presente invención.

Debido a la degradación termomecánica llevada a cabo en el procedimiento de acuerdo con la invención y la reducción asociada de peso molecular, generalmente no es conveniente usar (co)polímeros de polipropileno de bajo peso molecular con un peso molecular promedio ponderado ( $M_w$ ) de menos de 100 000 g/mol como los materiales de partida.

El paso a) del procedimiento de acuerdo con la invención se lleva a cabo preferiblemente de tal manera que el peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) del (co)polímero de polipropileno degradado al entrar en la segunda sección de extrusión sea menos de 70%, preferiblemente menos de 50%, de manera particular preferiblemente menos de 30% y lo más preferiblemente menos de 20% del peso molecular promedio ponderado ( $M_w$ ) del (co)polímero de polipropileno añadido, medido bajo condiciones idénticas. El peso molecular promedio ponderado ( $M_w$ ) del (co)polímero de polipropileno añadido se entiende que indica su peso molecular inicial, es decir, el peso molecular promedio ponderado ( $M_w$ ) del (co)polímero de polipropileno antes de llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención.

Debido a la reducción descrita anteriormente en peso molecular, la viscosidad y la temperatura de procesamiento del (co)polímero de polipropileno degradado se reducen significativamente, por lo que en el paso c) del procedimiento de acuerdo con la invención, se logra un mezclado particularmente efectivo del (co)polímero de polipropileno degradado con el al menos un aditivo de la presente invención incluso a bajas temperaturas.

Además, en el contexto de la presente invención es importante que la viscosidad en estado fundido, medida a 200°C, del (co)polímero de polipropileno degradado al entrar en la segunda sección de extrusión sea menos de 70%, preferiblemente menos de 50%, de manera particular preferiblemente menos de 30% y lo más preferiblemente menos de 20% de la viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno inicial, asimismo medido a 200°C. El uso de (co)polímeros de polipropileno degradados, cuya viscosidad en estado fundido (200°C) es más de 70% de la viscosidad en estado fundido (200°C) del (co)polímero de polipropileno inicial, es desventajoso ya que estos polímeros generalmente no son resinas de matriz adecuadas para adhesivos, tales como por ejemplo adhesivos de fusión en caliente.

Por "viscosidad en estado fundido" del (co)polímero de polipropileno empleado se entiende aquí que indica su viscosidad inicial en estado fundido, es decir, la viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno determinado a 200°C antes de llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención.

El (co)polímero de polipropileno tiene preferiblemente una viscosidad en estado fundido, medida a 200°C, de al menos 300 000 mPa·s. En particular, la viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno, medida a 200°C, está entre 350.000 mPa·s y 20 000 000 mPa·s, preferiblemente entre 400 000 mPa·s y 10 000 000 mPa·s y de manera particular preferiblemente entre 450 000 mPa·s y 5 000 000 mPa·s.

La viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno degradado, medido a 200°C, está preferiblemente entre 500 mPa·s y 1 000 000 mPa·s, de manera particular preferiblemente entre 1000 mPa·s y 500 000 mPa·s, de manera extrema preferiblemente entre 2000 mPa·s y 250 000 mPa·s y muy particularmente de manera preferible entre 2500 mPa·s y 150 000 mPa·s.

En particular, la viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno degradado, medido a 200°C, es preferiblemente menor de 1 000 000 mPa·s, de manera particular preferiblemente menos de 500 000 mPa·s, extremadamente de manera preferible menos de 250 000 mPa·s y muy particularmente de manera preferible menos de 150 000 mPa·s.

En una realización particular del procedimiento de acuerdo con la invención, la viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno es al menos 300 000 mPa·s y la del (co)polímero de polipropileno degradado es de 500 a 1 000 000 mPa·s, más preferiblemente de 1 000 a 100 000 mPa·s, en el que las viscosidades en estado fundido se determinan cada una a una temperatura de 200°C.

La viscosidad en estado fundido se mide tal como se ha descrito anteriormente.

El punto de reblandecimiento del (co)polímero de polipropileno de la presente invención está preferiblemente entre 90°C y 170°C, de manera particular preferiblemente entre 100°C y 160°C y lo más preferiblemente entre 120°C y 150°C. El uso de (co)polímeros de polipropileno que tienen un punto de reblandecimiento entre 90°C y 170°C es ventajoso en el contexto del procedimiento de acuerdo con la invención, ya que son particularmente ventajosamente adecuados como polímeros base para adhesivos de fusión en caliente.

En una realización separada de la presente invención, el punto de reblandecimiento del (co)polímero de polipropileno degradado de la presente invención está entre 120°C y 160°C, de manera particular preferiblemente 125°C y 150°C y lo más preferiblemente entre 130°C y 145°C.

El punto de reblandecimiento se midió tal como se describió anteriormente.

En una realización de la presente invención, la cantidad total de (co)polímero de polipropileno degradado en el adhesivo de la presente invención es de 10 a 85% en peso, más preferiblemente de 30 a 70% en peso, y particularmente de manera preferible de 40 a 60 % en peso.

Con el fin de aumentar la eficiencia de la degradación termomecánica, es particularmente ventajoso llevar a cabo la degradación termomecánica en el paso a) del procedimiento de acuerdo con la invención en la presencia de al menos un donador de radicales y/o en la presencia de oxígeno.

En el contexto de la presente invención, un "donante de radicales" se entiende que indica una sustancia que bajo influencia externa, tal como calor y/o radiación, se descompone en radicales.

Los donadores de radicales usados en la invención son principalmente compuestos que contienen grupos peroxo o diazo, en los que se prefieren peróxidos, tales como por ejemplo peróxidos orgánicos, debido a su disponibilidad comercial y facilidad de manipulación. Las fuentes de radicales adecuadas se pueden seleccionar, por ejemplo, a partir de los siguientes productos o compuestos y/o de cualquier mezcla de los mismos. TRIGONOX 101® (2,5-dimetil-2,5-di-tert-butilperoxi)hexano), TRIGONOX 301® (3,6,9-trietil-3,6,9-trimetil-1,4,7-triperoxonano), ambos disponibles comercialmente de AKZO, peróxido de di-tert-amilo, comercialmente disponible de CK Witco como DTAP® y de AKZO como Trigonox 201®, peróxido de dicumilo, peróxido de di-tert-butilo, 2,5-dimetil-5-di(tertbutil peroxi)-3-hexino, 1,3-bis(tert-butil peroxi isopropil)benzeno, 1,1-bis(tert-butil peroxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, n-butyl-4,4-bis(tert-butyl peroxi)valerato, peróxido de benzoílo, peróxido de p-clorobenzoílo, peróxido de 2,4-diclorobenzoílo, peroxibenzoato de tert-butilo, peroxi isopropil carbonato de tert-butilo, peróxido de diacetilo, peróxido de lauroilo, peróxido de tert-butyl cumilo, peroxi 2-etilhexanoato de tert-butilo.

Los peróxidos preferidos tienen una semivida, determinada en monoclorobenceno a 150°C, de 0.01 h a 10 h, preferiblemente 0,1 h a 5 h y particularmente de manera preferible de 0.3 h a 3 h.

En el contexto del procedimiento de acuerdo con la invención, el donador de radicales se añade ventajosamente en una cantidad de 0.02 a 5% en peso, preferiblemente de 0.05 a 2% en peso y especialmente de 0.1 a 1% en peso, en base a la cantidad total de (co)polímero de polipropileno.

Preferiblemente, se añade un peróxido como el donador de radicales en una cantidad de 0.05 a 3% en peso, preferiblemente de 0.1 a 2% en peso y especialmente de 0.2 a 1% en peso, cada uno en base a la cantidad total de (co)polímero de polipropileno.

Mediante el uso de la cantidad descrita de donador o peróxido de radicales, la degradación termomecánica puede llevarse a cabo a una temperatura de 100°C a 350°C, preferiblemente de 120°C a 320°C y particularmente de manera

preferible de 140°C a 300°C, en el que pueden realizarse tiempos de residencia relativamente cortos de 0.1 min a 3 min en la primera sección de extrusión.

Con el fin de controlar efectivamente la degradación termomecánica, es posible llevar a cabo el paso a) del procedimiento de acuerdo con la invención bajo una atmósfera de gas inerte, tal como por ejemplo una atmósfera de nitrógeno. De acuerdo con la invención, al entrar en la segunda sección de extrusión, el (co)polímero de polipropileno degradado comprende menos de 0.01% en peso, preferiblemente menos de 0.005% en peso y particularmente de manera preferiblemente menos de 0.001% en peso de donantes de radicales, cada uno sobre la cantidad total de (co)polímero de polipropileno degradado.

La cantidad de donador de radicales en el (co)polímero de polipropileno degradado al entrar en la segunda sección de extrusión puede ser influenciado o controlado por la elección de un donador de radicales que tiene una semivida adecuada, mediante el establecimiento de una temperatura adecuada en las respectivas zonas de extrusión y mediante un tiempo de residencia adecuado del (co)polímero de polipropileno en la primera sección de extrusión.

Es ventajosa una concentración residual de menos de 0.01% en peso de donador de radicales en el (co)polímero de polipropileno degradado al entrar en la segunda sección de extrusión, ya que esto permite obtener adhesivos, tales como por ejemplo adhesivos de fusión en caliente que se caracterizan por propiedades mejoradas, como por ejemplo una estabilidad térmica mejorada bajo carga y/o cohesión. Además, una concentración residual baja de donador de radicales en el (co)polímero de polipropileno degradado permite una formulación particularmente efectiva del adhesivo en el paso c) del procedimiento de acuerdo con la invención, porque ninguna degradación adicional del (co)polímero de polipropileno ocurre incluso a temperaturas más altas en la segunda sección de extrusión y además se evita una reacción química entre el (co)polímero de polipropileno degradado y el aditivo añadido.

En una realización de la invención, el aditivo se añade en una cantidad tal que la cantidad total de aditivo en el adhesivo de la presente invención sea al menos 10% en peso, preferiblemente al menos 20% en peso, más preferiblemente al menos 30% en peso, y particularmente de manera preferible al menos 40% en peso. Preferiblemente, la cantidad total de aditivo en el adhesivo de la presente invención es de 10 a 90% en peso, más preferiblemente de 30 a 75% en peso, y particularmente de manera preferible de 35 a 65% en peso. El aditivo que se añade en el paso c) del procedimiento de acuerdo con la invención es seleccionado preferiblemente de resinas de pegajosidad, ceras, estabilizantes, agentes de reticulación, rellenos, agentes de nucleación, antioxidantes, promotores de adhesión, aceites, plastificantes, elastómeros, polímeros y/o a partir de cualquiera de sus mezclas, en el que la adición de resinas de pegajosidad es particularmente preferida, porque pueden conferir una pegajosidad adicional al adhesivo.

Las "resinas de pegajosidad", se entiende que indican en particular, los aditivos poliméricos para los (co)polímeros de polipropileno de la presente invención que aumentan su autoadhesión (adherencia, adherencia inherente, autoadhesión).

La resina de pegajosidad se añade preferiblemente en una cantidad tal que la cantidad total de la resina de pegajosidad en el adhesivo de la presente invención varié de 10 a 85% en peso, preferiblemente de 20 a 70% en peso y lo más preferiblemente de 25 a 60% en peso.

Las resinas de pegajosidad se pueden seleccionar especialmente a partir de las siguientes sustancias y/o de cualquiera de sus mezclas:

(a) resinas de árboles que ocurren naturalmente y modificadas, tales como por ejemplo resinas de árbol de caucho, resinas de madera, resinas de árbol de aceite de pino, resinas de árbol destiladas, resinas de árbol hidrogenado, resinas de árbol dimerizado y resinas de árbol polimerizadas;

(b) ésteres de glicerina y de pentaeritritol de resinas de árboles que ocurren naturalmente y modificadas, tales como por ejemplo los ésteres de glicerina de resina de árbol de madera pálida, los ésteres de glicerina de resina de árbol hidrogenado, los ésteres de glicerina de resina de árbol polimerizada, los ésteres de pentaeritritol de resina de árbol de madera pálida, los ésteres de pentaeritritol de resina de árbol hidrogenado, los ésteres de pentaeritritol de resina de árbol de aceite de pino y los ésteres de pentaeritritol modificados fenológicamente de resina de árbol ,

(c) resinas de politerpeno con un punto de reblandecimiento de 60°C a 140°C (método ASTM E28-58T), en el que las resinas de politerpeno se fabrican generalmente mediante la polimerización de hidrocarburos de terpeno, como por ejemplo pineno, en la presencia de catalizadores Friedel-Crafts a bajas temperaturas;

(d) copolímeros y terpolímeros de terpenos que ocurren naturalmente, por ejemplo estireno/terpeno,  $\alpha$ -metil estireno/terpeno y viniltolueno/terpeno,

(e) resinas modificadas de terpeno fenológicamente, tales como por ejemplo, productos de condensación de terpeno y fenol fabricados con ácido;

(f) hidrocarburos alifáticos, opcionalmente hidrogenados, en los que los hidrocarburos alifáticos citados se fabrican especialmente mediante la polimerización de olefinas y/o diolefinas.

5 Las ceras se añaden preferiblemente en una cantidad de 1 a 45% en peso, preferiblemente 5 a 35% en peso, cada una en base a la cantidad total de adhesivo. La cantidad se calibra de manera que, por una parte, la viscosidad se reduce al intervalo requerido y, por otra parte, no afecta negativamente a la adhesión. La cera puede ser de origen natural o sintético y puede estar opcionalmente también en forma químicamente modificada. Las ceras naturales que se pueden añadir son ceras vegetales, ceras animales, ceras minerales o ceras petroquímicas. Las ceras químicamente modificadas adecuadas son ceras duras, tales como ceras de éster de Montan, ceras de Sasol, etc. Las ceras sintéticas adecuadas son ceras de polialquileno y ceras de polietilenglicol. Se añaden preferentemente ceras petroquímicas tales como petrolato, ceras de parafina, ceras microcristalinas así como ceras sintéticas.

15 Los estabilizantes se añaden preferiblemente en una cantidad de 0.1 a 3% en peso, preferiblemente de 0.2 a 1.5% en peso, cada uno en base a la cantidad total del adhesivo. En general se incorporan estabilizantes para proteger el adhesivo como producto final del procedimiento de acuerdo con la invención contra reacciones de oxidación o degradación térmica que pueden ocurrir en el almacenamiento y/o en la aplicación. Los estabilizantes que se pueden usar incluyen preferiblemente fenoles impedidos y/o fenoles multifuncionales, tales como, por ejemplo, fenoles que contienen azufre y/o que contienen fósforo. Los fenoles impedidos se entiende que indican compuestos en los que al menos un grupo estéricamente impedido, tal como por ejemplo un grupo tert-butilo, está unido al fenol, en el que los grupos estéricamente impedidos están localizados especialmente en la posición orto y/o para para el grupo OH fenólico.

25 Ejemplos de fenoles impedidos que son estabilizantes adecuados pueden ser seleccionados de los siguientes compuestos o cualquiera de sus mezclas: 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-di-tert-butil-4-hidroxibencil)benzeno, tetrakis-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)propionato de pentaeritritol, propionato de n-octadecil-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenilo), 4,4'-metilen bis(4-metil-6-tert-butilfenol), 4,4'-tiobis (6-tert.-butil-o-resol), 2,6-di-tert-butilfenol, 6-(4-hidroxifenoxi)-2,4-bis(n-octiltio)-1,3,5-triazina, 2,4,6-tris(4-hidroxil-3,5-di-tert-butilfenoxi)-1,3,5-triazina, di-n-octadecil-3,5-ditert.-butilbencil fosfonato, 2-(n-octiltio)etil-3,5-di-tert.-butil-4-hidroxibenzoato y hexa-(3,3,5-ditert.-butil-4-hidroxifenil) propionato de sorbitol.

30 Pueden añadirse aditivos adicionales tales como, por ejemplo, agentes reticulantes, rellenos, agentes de nucleación, antioxidantes, promotores de adhesión, aceites, plastificantes, elastómeros que son conocidos por la persona experta en la técnica y que pueden ser seleccionado de un gran número de productos disponibles comercialmente como una función de las propiedades deseadas. Se pueden añadir polímeros adicionales de peso molecular más alto o más bajo ( $M_w$ ) que el (co)polímero de polipropileno degradado para modificar las propiedades adhesivas. Estos polímeros pueden ser cualquiera de los polímeros de fusión en caliente convencionales como se describe en: Paul CW (2002) Hot Melt Adhesives en: Chaudhury M y Pocius AV (ed) Surfaces, Chemistry and Applications: Adhesion Science and Engineering, Elsevier Science B.V., Los Países Bajos p 711 - 757.

40 Los adhesivos, tales como por ejemplo adhesivos de fusión en caliente, fabricados en el procedimiento de acuerdo con la invención, tienen una viscosidad que se adapta a las técnicas de recubrimiento habituales. La viscosidad de los adhesivos o adhesivos de fusión en caliente es de 100 mPa·s a 200 000 mPa·s, preferiblemente de 500 mPa·s a 100 000 mPa·s y particularmente de 700 mPa·s a 50 000 mPa·s.

45 En el contexto de la presente invención, la viscosidad del adhesivo se puede determinar a 160°C, preferiblemente usando un Viscosímetro Brookfield Thermosell RVT (obtenible de von Brookfield Engineering Laboratories, Inc., Stoughton, Massachusetts, EEUU). Se usa un eje 27 para viscosidades de hasta 100.000 mPa·s, mientras que un eje 29 se usa para determinar viscosidades por encima de 100.000 mPa·s. La velocidad de rotación del eje elegido se ajusta preferiblemente de manera que a 160°C las lecturas de torque se encuentren en el intervalo de 10 a 95%, más preferiblemente aproximadamente 50%.

50 En una realización alternativa de la presente invención, la viscosidad del adhesivo se puede determinar a 200°C, preferiblemente usando un viscosímetro Brookfield Thermosell RVT (obtenible de von Brookfield Engineering Laboratories, Inc., Stoughton, Massachusetts, EE.UU.). Se usa un eje 27 para viscosidades de hasta 100.000 mPa·s, mientras que un eje 29 se usa para determinar viscosidades por encima de 100.000 mPa·s. La velocidad de rotación del eje elegido se ajusta preferiblemente de manera que a 200°C las lecturas de torque se encuentren en el intervalo de 10 a 95%, más preferiblemente aproximadamente 50%.

60 Para la aplicación es conveniente usar un adhesivo o un adhesivo de fusión en caliente con la viscosidad más baja posible a la temperatura de aplicación. Esto asegura que el adhesivo o el adhesivo de fusión en caliente pueden aplicarse mejor y más fácilmente bombearse. También se facilita la humectación del sustrato. Después de la aplicación sobre una superficie de sustrato, el lado del adhesivo o adhesivo de fusión en caliente orientado hacia el aire debe permanecer tan pegajoso y adherente como sea posible. Este tiempo de apertura depende del comportamiento de la fusión y del comportamiento de cristalización del adhesivo o del adhesivo de fusión en caliente.

65 Los adhesivos o adhesivos de fusión en caliente pueden usarse para los sustratos de unión, tales como papel sin pintar o sin recubrir, hojas de papel pre-impregnadas y post-impregnadas o cartón, películas, plásticos o vidrio

correspondientes, así como para otras aplicaciones. Se pueden fabricar películas multicapa, empaques, sustratos de unión de madera, libros, filtros, tejidos no tejidos, césped sintético o alfombra de respaldo o contenedores tales como cajas plegables, cartones externos o bandejas con la ayuda de adhesivos o adhesivos de fusión en caliente fabricados en el procedimiento de acuerdo con la invención.

5

En los dibujos que acompañan se ilustra una instalación de extrusión que se puede usar para el procedimiento de acuerdo con la invención.

10

La Figura 1 es una vista superior esquemática de una instalación de extrusión que consiste en dos extrusores que comprenden cada uno una sección de extrusión.

La Figura 2 es una vista lateral esquemática, en corte transversal, de la instalación de extrusión de la Figura 1 a través de la línea de corte transversal A-A.

15

La Figura 3 es una vista lateral esquemática de corte transversal de un extrusor de combinación que comprende ambas secciones de extrusión.

20

La Figura 1 muestra una vista superior de una instalación 1 de extrusión que consta de dos extrusores 10, 20 que están conectados entre sí por medio de una zona 30 de conexión. El primer extrusor 10 incluye una primera sección 2 de extrusión que implica una degradación termomecánica del (co)polímero de polipropileno introducido a través de una abertura 13 de alimentación en un lado de alimentación de un alojamiento 11 del primer extrusor 10. El segundo extrusor 20 incluye la segunda sección 3 de extrusión que mediante la adición de al menos un aditivo implica una formulación del polímero a un adhesivo.

25

Con el fin de alimentar el polímero en la abertura 13 de alimentación en el primer extrusor 10, el extrusor está equipado con una tolva 14. El alojamiento 11 está equipado con una pluralidad de elementos 17 de calentamiento que están dispuestos en forma de chaquetas alrededor del alojamiento 11 y que pueden influir en la temperatura del polímero dentro del alojamiento 11. Los elementos 17 de calentamiento pueden igualmente ser diseñados como elementos de enfriamiento con el fin de reducir la temperatura del polímero. La temperatura está además preferiblemente influenciada por la fricción interna del polímero por medio del diseño explícito de los tornillos de extrusión (no mostrados) situados en el alojamiento 11, de tal manera que los elementos 17 de calentamiento pueden usarse únicamente para mantener la temperatura o para un ajuste fino de la temperatura del polímero. El primer extrusor 10 en un lado de descarga tiene además una abertura 16 de eliminación de gases, sobre la que se puede aplicar un vacío sobre el extrusor 10, por ejemplo para succionar componentes volátiles del (co)polímero de polipropileno degradado. El alojamiento 11 puede además estar equipado con elementos adicionales (no mostrados), tales como por ejemplo, sensores de temperatura para medir la temperatura del alojamiento 11 o del polímero, aberturas de eliminación de gases adicionales y/o aberturas de alimentación adicionales para alimentar auxiliares adicionales, aditivos o iniciadores.

30

35

Una zona 30 de conexión está unida al lado de descarga del primer extrusor 10, que proporciona de este modo una conexión entre el primer extrusor 10 y el segundo extrusor 20 y que permite que el (co)polímero de polipropileno degradado sea transferido desde una abertura de descarga en el lado de descarga del extrusor 10 en un lado de alimentación lateral en un alojamiento 21 del segundo extrusor 20. La alimentación lateral está situada entre el lado de alimentación y el lado de descarga del extrusor 20, cerca del lado de alimentación. Una abertura 23 de alimentación equipada con una tolva 24 está también provista en el alojamiento 21 en el lado de alimentación del segundo extrusor 20. Los aditivos para la formulación en la segunda sección 3 de extrusión en el extrusor 20 pueden alimentarse a través de la tolva.

40

45

El alojamiento del segundo extrusor 20 está equipado de manera similar con un elemento 27 de calentamiento que también aquí se puede diseñar como un elemento de enfriamiento. En el lado de descarga, el segundo extrusor 20 tiene otra abertura 26 de eliminación de gases y puede estar equipado con aberturas de eliminación de gases adicionales y/o aberturas de alimentación adicionales para alimentar aditivos adicionales y/o para dispositivos de medición.

50

Un medio 40 de granulación para el adhesivo fabricado se proporciona en el lado de descarga del segundo extrusor 20 con el fin que el adhesivo pueda convertirse en material a granel al dejar la segunda sección de extrusión en el segundo extrusor 20 a través de una abertura de descarga (no mostrada).

55

La Figura 2 muestra una vista lateral en corte transversal a través de la línea de corte transversal A-A de la instalación de extrusión 1 de la Figura 1. La abertura 13 de alimentación con la tolva 14 del alojamiento 11 del primer extrusor 10 se puede ver en el lado de alimentación. El (co)polímero de polipropileno se alimenta aquí en el extrusor 10. La viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno que se está usando es de al menos 300 000 mPa·s, la viscosidad en estado fundido que es medida a una temperatura de 200°C.

60

El extrusor 10 implica, como se ha descrito anteriormente, una degradación termomecánica del (co)polímero de polipropileno en la primera sección 2 de extrusión por tensión cizallamiento para fabricar un (co)polímero de polipropileno degradado, en el que la temperatura de la primera sección 2 de extrusión está al menos en un intervalo por encima del punto de reblandecimiento del (co)polímero de polipropileno, y la viscosidad en estado fundido, medida a

65

200°C, del (co)polímero de polipropileno degradado al entrar en la segunda sección de extrusión 3 es menos de 70% de la viscosidad en estado fundido, medida asimismo a 200°C, del (co)polímero de polipropileno. La temperatura requerida del (co)polímero de polipropileno en este caso se alcanza preferiblemente por fricción interna de sí misma en el interior del extrusor 10. Los dos tornillos 18 de extrusión dispuestos adyacentemente provistos dentro del alojamiento 11 están

El extrusor 10 ilustrado comprende una pluralidad de zonas de extrusión. Éstas se entiende que indican zonas funcionales del extrusor 10, tal como por ejemplo una zona de alimentación, en la que el (co)polímero de polipropileno se alimenta, por ejemplo, a través de la abertura 13 de alimentación en el extrusor 10 y es transportado además por los tornillos 18 del extrusor; una zona de plastificación o zona de compresión, especialmente para fundir o plastificar el (co)polímero de polipropileno, en el que se añade un iniciador (no mostrado), en el presente caso se añade al menos un donador radical, por ejemplo un peróxido. Alternativamente, sin embargo, también es posible añadir ya el iniciador en la zona de alimentación. Además, se proporciona una zona de degradación o zona de alta temperatura, en la que se descompone el iniciador, así como una zona opcional situada en el extremo de la primera sección 2 de extrusión para aumentar la temperatura para descomponer adicionalmente el iniciador residual. La zona de alta temperatura para descomponer el iniciador está diseñada de manera que la fracción iniciadora, en el presente caso el donador de radicales, en el (co)polímero de polipropileno degradado es menos de 0.01% en peso al entrar en la segunda sección 3 de extrusión. Además, La viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno degradado en la primera sección 2 de extrusión en la realización anterior es de 500 a 1 000 000 mPa·s, la viscosidad en estado fundido que es medida a una temperatura de 200°C. Naturalmente, se pueden proporcionar más zonas de extrusión que sean adecuadas.

El extrusor 10 que se va a usar se diseña preferiblemente de modo que se puedan alcanzar temperaturas de (co)polímero de polipropileno entre 10°C y 40°C en la zona de alimentación, 10°C a 200°C en la zona de plastificación, 150°C a 350°C en la zona de degradación o zona de alta temperatura y 200°C a 400°C en la zona opcional para aumentar la temperatura, la última preferiblemente que corresponde a un aumento de temperatura en la zona de alta temperatura de 10°C a 50°C adicionales. Los tornillos 18 de extrusión y los canales 19 para el líquido de intercambio de calor están preferiblemente diseñados de tal manera, y se proporcionan elementos 17 de calentamiento ajustables por separado para las respectivas zonas, de manera que las temperaturas requeridas puedan alcanzarse y mantenerse para las respectivas zonas de extrusión.

En su lado de descarga, el primer extrusor 10 posee la abertura 16 de eliminación de gases así como un estrechamiento 15 longitudinal que se abre en una abertura 12 de descarga en el alojamiento 11, a partir del cual se puede dispensar el (co)polímero de polipropileno degradado. La zona 30 de conexión está provista para transferir el (co)polímero de polipropileno degradado desde la primera sección de extrusión en el primer extrusor 10 a la segunda sección 3 de extrusión en el segundo extrusor 20. Para ello, el (co)polímero de polipropileno degradado en el primer extrusor 10 es descargado a través de la abertura 12 de descarga del extrusor 10 y llega a un canal 32 de la zona 30 de conexión que conecta la abertura 12 de descarga del primer extrusor 10 con una alimentación 22 lateral en el alojamiento 21 del segundo extrusor 20.

La zona de conexión 30 está equipada con un manto 31 de calentamiento que envuelve ¿o cubre? el canal 32 con el fin de transferir el (co)polímero de polipropileno degradado en su estado fundido desde la primera sección 2 de extrusión al segundo sector 3 de extrusión.

El manto 31 de calentamiento contiene una chaqueta de enfriamiento exterior hecha de placa aluminada al fuego que rodea una chaqueta de calentamiento hecha de placa blanca galvanizada y placa aluminada al fuego (busca si hay más y cámbialos), en la que la chaqueta de calentamiento rodea el canal 32 y una pared de tipo tubular que encierra el canal 32 respectivamente. Además, el manto 31 de calentamiento comprende un material aislante, en el caso disponible, mica. Con dicho manto 31 de calentamiento la temperatura del (co)polímero de polipropileno degradado en el canal 32 se mantiene por encima de su punto de reblandecimiento y el (co)polímero de polipropileno degradado en el canal 32 se transfiere en estado fundido desde la primera sección 2 de extrusión en la segunda sección 3 de extrusión, respectivamente. En la realización mostrada, la temperatura del (co)polímero de polipropileno degradado en el canal 32 es al menos superior a 180°C. También es posible usar un termómetro que no se muestra para medir la temperatura del (co)polímero de polipropileno degradado en el canal 32 para controlar el calentador del manto 31 de calentamiento para mantener dicha temperatura. También es posible usar cualquier otra posibilidad de calentamiento como el manto 31 de calentamiento adecuado para la realización mostrada y conocido por cualquier experto en la técnica. Por ejemplo, es posible usar un calentador de placa aluminada al fuego con una abrazadera hecha de placa aluminada al fuego con labio dentado, así como una chaqueta de enfriamiento hecha de una placa aluminada al fuego y de cerámica como material aislante. Como una alternativa también es posible usar calentamiento hecho de acero inoxidable que está corrugado externamente, una chaqueta de enfriamiento hecha de placa aluminada al fuego y un mineral como material de aislamiento. Como una alternativa, el manto 31 de calentamiento podría ser construido como una banda de calentamiento que rodea el canal 32 y una pared de tipo tubular que encierra el canal 32, respectivamente, por ejemplo

una banda de calentamiento de cerámica accionada eléctricamente o una banda de calentamiento circular accionada eléctricamente. Tales bandas de calentamiento son conocidas por cualquier persona experta en la técnica y están en uso en el campo técnico de los extrusores durante muchos años.

5 En el lado de alimentación, el segundo extrusor 20 posee la abertura de alimentación oculta con la tolva 24, en la que se puede alimentar al menos un aditivo adicional, en la presente realización por ejemplo una resina de pegajosidad, una cera, un agente de reticulación, un relleno, un agente de nucleación, un antioxidante, un promotor de adhesión, un aceite, un plastificante, un elastómero o un polímero y/o una pluralidad de las mencionadas anteriormente y/o cualquier mezcla de las mencionadas anteriormente, y que se mezcla con el (co)polímero de polipropileno degradado en la  
10 segunda sección 3 de extrusión bajo tensión de cizallamiento por dos tornillos 28 de extrusión con el fin de fabricar un adhesivo. La segunda sección 3 de extrusión puede contener también una pluralidad de zonas de extrusión, en particular una zona de alimentación, una zona de compresión, una zona de mezcla, una zona de eliminación de gases y una zona de descarga.

15 El segundo extrusor 20 posee elementos de calentamiento (no mostrados), que también se pueden diseñar como dispositivos de enfriamiento, con el fin de influir en la temperatura del (co)polímero de polipropileno en la segunda sección 3 de extrusión o en las diferentes zonas de extrusión de la segunda sección 3 de extrusión. Además, los tornillos 28 de extrusión están provistos con canales 29 para un líquido de intercambio de calor. Estos auxiliares y un diseño adecuado de los tornillos 28 de extrusión pueden asegurar que la temperatura más alta en la segunda sección 3  
20 de extrusión o preferiblemente la del polímero en la segunda sección de extrusión sea menor que la temperatura más alta en la primera sección 2 de extrusión o sea menor que la temperatura más alta del polímero en la primera sección 2 de extrusión. En la presente realización, la proporción de la temperatura más alta de la primera sección 2 de extrusión a la temperatura más alta de la segunda sección 3 de extrusión está en un intervalo de 1.05 a 1.55.

25 La Figura 3 muestra una elevación lateral esquemática de corte transversal de un extrusor 100 de combinación que comprende una primera sección 102 de extrusión y una segunda sección 103 de extrusión. El extrusor 100 ilustrado se refiere a un extrusor de tornillo múltiple, más precisamente un extrusor de doble tornillo, en que el que están provistos dos tornillos 105 de extrusión giratorios que se extienden en la dirección longitudinal de un alojamiento 101 y que están dispuestos paralelos entre sí en una cavidad 104, que tiene un corte transversal en la forma de una figura de ocho, en el  
30 alojamiento 101 envolvente. Los tornillos 105 del extrusor están montados en un lado 106 de alimentación del extrusor 100 en un lado en el alojamiento 101 y son accionados, por ejemplo, a través de una conexión de eje con ranuras o una conexión de llave paralela conectada con un conjunto de engranaje (no mostrado) y por un motor eléctrico (no mostrado). Se puede considerar cualquiera de los diseños que son conocidos por la persona experta en la técnica, especialmente un extrusor de doble tornillo tangencial co-rotatorio, un extrusor de doble tornillo entrelazado co-rotatorio,  
35 un extrusor de doble tornillo tangencial contra-rotatorio o un extrusor de doble tornillo entrelazado de contra-rotación.

En el lado que es opuesto al lado 106 de alimentación, el alojamiento 101 tiene un lado de descarga 107 con una  
40 abertura 114 de descarga. Aquí el producto extruido, en el presente caso, un adhesivo de fusión en caliente fabricado en particular de un (co)polímero de polipropileno se descarga desde el extrusor y se trasfiere a un granulador 115 unido, con el fin de transformar el adhesivo en un adhesivo a granel. Además, el extrusor 100 tiene una pluralidad de elementos de calentamiento 113 que calientan el alojamiento 101 y el polímero situado en el extrusor 100 y que son preferiblemente ajustables independientemente entre sí. Los elementos 113 de calentamiento también pueden estar equipados  
45 especialmente en forma de calentadores de cartucho eléctricos o platos de calentamiento. Además, pueden usarse sistemas de circulación de agua ajustables individualmente (no mostrados), por ejemplo, en particular para enfriar el alojamiento 101. De esta manera se puede evitar un sobrecalentamiento del polímero, asociado con una degradación del material. Estas posibilidades sirven preferiblemente para mantener la temperatura del procedimiento, es decir para calentar y/o enfriar, pero no para fundir el polímero. La mayor parte de la fusión resulta de la entrada de energía (tensión de cizallamiento) debido a la rotación de los tornillos 105 de extrusión.  
50

En el área del lado de alimentación, el extrusor 100 tiene una primera abertura de alimentación 108 con una tolva 109, en la que se puede alimentar un (co)polímero de polipropileno y aditivos adicionales opcionales. La viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno empleado en la presente realización es al menos 300 000 mPa·s, la viscosidad en estado fundido que se mide a una temperatura de 200°C. El extrusor 100 ilustrado comprende una  
55 pluralidad de zonas de extrusión en la primera sección 102 de extrusión. Se entiende que indican zonas funcionales, tales como por ejemplo una zona de alimentación, en la que se alimenta el (co)polímero de polipropileno a través de la abertura 108 de alimentación en el extrusor 100 y transportado adicionalmente por los tornillos 105 de extrusión; una zona de plastificación o zona de compresión, especialmente para fundir o plastificar el (co)polímero de polipropileno, en el que se añade un iniciador (no mostrado), en el presente caso se añade al menos un donador radical, por ejemplo un peróxido. Alternativamente, es posible no añadir el iniciador inicialmente en la zona de plastificación, sino más bien ya en la zona de alimentación o en la abertura de alimentación con el (co)polímero de polipropileno. Además, se proporciona una zona de degradación o zona de alta temperatura, en la que se descompone el iniciador, así como una zona opcional situada en el extremo de la primera sección 102 de extrusión para aumentar la temperatura para descomponer adicionalmente el iniciador residual. La zona de alta temperatura se entiende aquí que indica la zona de  
60 temperatura más alta del procedimiento, en la que la temperatura citada se refiere a la temperatura del polímero. El extrusor 100 que se va a usar está diseñado de tal manera que las temperaturas de (co)polímero de polipropileno entre

10°C y 40°C se pueden alcanzar en la zona de alimentación, 10°C a 200°C en la zona de plastificación, 150°C a 350°C en la zona de degradación o zona de alta temperatura y una temperatura de (co)polímero de polipropileno degradado de 200°C a 400°C en la zona opcional para aumentar la temperatura, la última preferiblemente correspondiente a un aumento de temperatura sobre la zona de alta temperatura de un 10°C a 50°C adicional.

5 El extrusor 100 y especialmente los tornillos 105 de extrusión están diseñados de tal manera que una degradación termomecánica del (co)polímero de polipropileno ocurre en la primera sección 102 de extrusión por tensión de cizallamiento con el fin de fabricar un (co)polímero de polipropileno degradado, en el que la primera sección 102 de extrusión, preferiblemente la temperatura del (co)polímero de polipropileno, está al menos en un intervalo por encima del punto de reblandecimiento del (co)polímero de polipropileno. En el presente caso, la degradación ocurre en la presencia de al menos un donador de radicales, especialmente un peróxido, que se introduce en el extrusor 100 a través de la abertura 108 de alimentación o a través de una abertura de alimentación (no mostrada). En la región en el extremo de la primera sección 102 de extrusión, el extrusor tiene una abertura 112 de eliminación de gases con el fin de evacuar los componentes volátiles, especialmente de los subproductos donadores de radicales, por medio de vacío aplicado a la abertura 112 de eliminación de gases. La viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno degradado en la primera sección 102 de extrusión es de 500 a 1 000 000 mPa·s, la viscosidad en estado fundido que es medida a una temperatura de (co)polímero de polipropileno de 200°C.

20 El (co)polímero de polipropileno degradado se transfiere entonces a la segunda sección 103 de extrusión que sigue a la primera sección 102 de extrusión, en la que la viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno degradado, medida a 200°C, al entrar en la segunda sección 103 de extrusión es menos de 70% de la viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno, medida asimismo a 200°C. La segunda sección 103 de extrusión puede contener también una pluralidad de zonas de extrusión, en particular una zona de alimentación, una zona de compresión, una zona de mezcla, una zona de eliminación de gases y una zona de descarga. Además, la primera sección 102 de extrusión está diseñada de tal manera que el contenido de donador de radicales en el (co)polímero de polipropileno degradado al entrar en la segunda sección 103 de extrusión es menos de 0.01% en peso. Esto se puede habilitar, por ejemplo, mediante el dimensionado y diseño adecuados de los tornillos 105 de extrusión en la zona extrema de la primera sección 102 de extrusión para aumentar la temperatura del (co)polímero de polipropileno degradado por fricción interna, garantizando así una descomposición del donador radical, en el que por ejemplo, los componentes volátiles pueden ser evacuados a través de la abertura 112 de eliminación de gases en la zona extrema de la primera sección 102 de extrusión.

35 Además, la primera y segunda secciones 102, 103 de extrusión están conectadas por medio de una zona 116 de transición de tal manera que el (co)polímero de polipropileno degradado se transfiere en su estado fundido desde la primera sección de extrusión 102 a la segunda sección 103 de extrusión. Para ello, los tornillos 105 de extrusión están diseñados en la zona 116 de transición de tal manera que se asegure que, debido a la fricción interna del (co)polímero de polipropileno degradado, dicho polímero permanece en su estado fundido. Además, para mantener la temperatura, se proporciona un elemento 113 de calentamiento junto con una posibilidad para enfriar el alojamiento 101 mediante, por ejemplo, un sistema de circulación de agua de enfriamiento ajustable (no mostrado) en el alojamiento 101.

40 En la segunda sección 103 de extrusión, al menos un aditivo, por ejemplo en la presente realización, una resina de pegajosidad, una cera, un agente de reticulación, un relleno, un agente de nucleación, un antioxidante, un promotor de adhesión, un aceite, un plastificante o un elastómero y/o una pluralidad de las mezclas mencionadas anteriormente y/o cualquiera de las mezclas mencionadas anteriormente, se alimenta, por ejemplo, a través de una segunda abertura 110 de alimentación equipada con una tolva 111 situada en la zona de inicio de la segunda sección 103 de extrusión. Preferiblemente el aditivo se alimenta en una cantidad tal que la cantidad total de aditivo en el adhesivo es al menos 20% en peso, y particularmente de manera preferible al menos 40% en peso. Preferiblemente, la cantidad total del aditivo en el adhesivo de la presente invención es de 30 a 75% en peso, y particularmente de manera preferible de 35 a 65% en peso.

50 Después de alimentar el aditivo, se mezcló con el (co)polímero de polipropileno degradado mediante los tornillos 105 de extrusión bajo tensión de cizallamiento para fabricar el adhesivo de fusión en caliente. Aquí, el extrusor 100 y especialmente los tornillos 105 de extrusión en la segunda sección 103 de extrusión están diseñados de tal manera que la temperatura más alta en la segunda sección 103 de extrusión o preferiblemente la del polímero en la segunda sección 103 de extrusión sea menor que la temperatura más alta de la primera sección 102 de extrusión o del polímero en la primera sección 102 de extrusión. En la presente realización, la proporción de la temperatura más alta de la primera sección 102 de extrusión a la temperatura más alta de la segunda sección 103 de extrusión está en un intervalo de 1.05 a 1.55.

60 En la segunda sección 103 de extrusión, el extrusor 100 también tiene una pluralidad de elementos 113 de calentamiento y posee un dispositivo de enfriamiento (no mostrado). Además, se proporciona otra abertura 112 de eliminación de gases para evacuar componentes volátiles en la zona extrema de la segunda sección 103 de extrusión en el lado 107 de descarga del extrusor 100. La cavidad 104 del extrusor 100 se estrecha hacia el lado 107 de descarga y se abre hacia afuera en la abertura 114 de descarga. El granulador 115 está unido al extrusor 100 en el lado 107 de descarga. Los granuladores 115 que se pueden emplear para transformar el adhesivo en un material a granel son formadores de pellas de hebras especiales, formadores de pellas submarinos o formadores de pellas de matriz.

|    |                                   |                                      |
|----|-----------------------------------|--------------------------------------|
|    | 1 Instalación de la extrusión     | 30 Zona de conexión                  |
|    | 2 Primera sección de extrusión    | 31 Chaqueta de calefacción           |
|    | 3 Segunda sección de extrusión    | 32 Canal                             |
| 5  | 10 Primera extrusión              | 40 Medios de granulación             |
|    | 11 Alojamiento                    | 100 Extrusor de combinación          |
|    | 12 Abertura de descarga           | 101 Alojamiento                      |
|    | 13 Abertura de alimentación       | 102 Primera sección de extrusión     |
|    | 14 Tolva                          | 103 Segunda sección de extrusión     |
| 10 | 15 Estrechamiento                 | 104 Cavidad                          |
|    | 16 Abertura de eliminación de gas | 105 Tornillo de extrusión            |
|    | 17 Elemento de calentamiento      | 106 Lado de alimentación             |
|    | 18 Tornillo de extrusión          | 107 Lado de descarga                 |
|    | 19 Canal                          | 108 Primera abertura de alimentación |
| 15 | 20 Segundo extrusor               | 109 Tolva                            |
|    | 21 Alojamiento                    | 110 Segunda abertura de alimentación |
|    | 22 Alimentación lateral           | 111 Tolva                            |
|    | 23 Abertura de alimentación       | 112 Aberturas de eliminación de gas  |
|    | 24 Tolva                          | 113 Elementos de calentamiento       |
| 20 | 26 Abertura de eliminación de gas | 114 Abertura de descarga             |
|    | 27 Elemento de calentamiento      | 115 Granulador                       |
|    | 28 Tornillos                      | 116 Zona de transición               |
|    | 29 Canales                        |                                      |

## Ejemplos

25

Se usaron los siguientes materiales:

30 Aleación de (co)polímero de polipropileno: Aleación de copolímero de polipropileno con un contenido de caucho de propileno de etileno de al menos 60% en peso de LyondellBasell (2,800,000 mPa·s (200°C), Viscosímetro Brookfield Thermosell RVT, eje 29);

Mezcla 1 de (co)polímero de polipropileno: 70% en peso de la aleación (co)polímero de polipropileno y 30% en peso de un caucho elastomérico 1 (2,700,000 mPa·s (200°C), Viscosímetro Brookfield Thermosell RVT, eje 29);

35 Mezcla 2 de (co)polímero de polipropileno: 70% en peso de un (co)polímero de polipropileno (4,000,000 mPa·s (200°C), Viscosímetro Brookfield Thermosell RVT, eje 29) y 30% en peso de un caucho elastomérico 2 (450,000 mPa·s (200°C), Viscosímetro Brookfield Thermosell RVT, eje 29);

40 Arkon P125: Resina de hidrocarburo hidrogenado (resina de pegajosidad) de Arakawa Chemicals;

Escorez 5400: Resina de policiclopentadieno hidrogenado (resina de pegajosidad) de ExxonMobile;

Irganox 1010: Pentaeritritol tetrakis[3-(3,5-di-tert-butil-4-hidroxifenil)propionato] (estabilizante) de BASF SE;

45 Trigonox® 301: 3,6,9-Trietil-3,6,9-trimetil-1,4,7-triperoxonano, solución al 41% en hidrocarburos isoparafínicos de Akzo Nobel.

### Ejemplo 1

50 Se añadieron a 5000 g de mezcla 1 de (co)polímero de polipropileno, 30 g de Trigonox® 301. Mediante el tratamiento de la mezcla resultante en un extrusor de doble tornillo co-rotativo de 25 mm (ZSK 25/40D, Werner y Pfleiderer) a 220°C, se obtuvo una mezcla 1 de (co)polímero de polipropileno degradado termomecánico que exhibe una viscosidad en estado fundido (200°C) de 34,000 mPa·s (Viscosímetro Brookfield Thermosell RVT, eje 27).

### Ejemplo comparativo 1

60 Se añadieron a 5000 g de mezcla 1 de (co)polímero de polipropileno y 2264 g de Arkon P125, 30 g de Trigonox® 301. Mediante tratamiento de la mezcla resultante en un extrusor de doble tornillo co-rotatorio de 25 mm (ZSK 25/40D, Werner y Pfleiderer) a 220°C se obtuvo una mezcla termomecánica degradada de mezcla 1 de (co)polímero de polipropileno y resina de pegajosidad Arkon P125. La viscosidad en estado fundido resultante (200°C) de dicha mezcla termomecánica degradada fue de 68,000 mPa·s (Viscosímetro Brookfield Thermosell RVT, eje 27).

65 El Ejemplo 1 muestra que es ventajoso añadir la resina de pegajosidad después de que se haya completado el paso de degradación termomecánica porque de otro modo la degradación del polímero es menos efectiva. En el Ejemplo 1, la mezcla 1 de (co)polímero de polipropileno se degrada eficientemente a un polímero de baja viscosidad que tiene una

viscosidad en estado fundido de 34,000 mPa·s, mientras que la presencia de la resina de pegajosidad Arkon P125 en el ejemplo comparativo 1 provoca un procedimiento de degradación menos eficiente.

#### Ejemplo 2

Se añadieron a 5000 g de mezcla 2 de (co)polímero de polipropileno, 125 g de Trigonox® 301. Mediante el tratamiento de la mezcla resultante en un extrusor de doble tornillo co-rotatorio de 25 mm (ZSK 25/40D, Werner y Pfleiderer) a 220°C, se obtuvo una mezcla 2 de (co)polímero de polipropileno degradado termomecánico que exhibe una viscosidad en estado fundido (200°C) de 1614 mPa·s (Viscosímetro Brookfield Thermosell RVT, eje 27).

Para simular el efecto del peróxido restante después de que se ha completado el paso de degradación, se añadieron diferentes cantidades de Trigonox® 301 (0 g @ Ejemplo 2a, 0.015 g @ Ejemplo 2b y 0.075 g @ Ejemplo 2c) a 69.95 g de mezcla 2 de (co)polímero de polipropileno degradado termomecánico mientras se agitaba con un agitador de hélice a 200 rpm. Las mezclas se agitaron durante 30 minutos adicionales a 180°C. A continuación se añadieron 29.98 g de Escorez 5400 y 0.6 g de Irganox 1010 a 180°C. Después de homogeneización (aproximadamente 30 minutos) se midió la viscosidad en estado fundido (180°C) de los adhesivos resultantes mediante el uso de un viscosímetro Brookfield Thermosell RVT, eje 27.

| Ejemplo | Viscosidad en estado fundido del adhesivo después de 30 min @ 180 °C | Porcentaje en peso del peróxido <sup>[1]</sup> |
|---------|--|--|
| 2a      | 1480 mPa·s   | 0%   |
| 2b      | 1510 mPa·s   | 0.0088%  |
| 2c      | 1210 mPa·s   | 0.044%   |

<sup>[1]</sup> En base a la cantidad total de mezcla 2 de (co)polímero de polipropileno degradado; concentración efectiva de 3,6,9- trietil-3,6,9-trimetil-1,4,7-triperoxonano

El ejemplo 2 demuestra que al tener una concentración residual de menos de 0.01% en peso del donante de radicales 3,6,9-trietil-3,6,9,-trimetil-1,4,7-triperoxonano en la mezcla 2 del (co)polímero de polipropileno degradado, se pueden obtener formulaciones adhesivas que exhiben una estabilidad térmica mejorada. En el Ejemplo 2a y 2b la concentración efectiva del donador de radicales es menos de 0.01% en peso debido a que se añadieron solamente cantidades menores de peróxido a la mezcla 2 de (co)polímero de polipropileno degradado, mientras que en el Ejemplo 2c se añadió una cantidad significativamente mayor de peróxido. Como una consecuencia, la concentración efectiva de peróxido en el ejemplo 2c está por encima de 0.01% en peso. El adhesivo del ejemplo 2c muestra una estabilidad térmica insuficiente porque su viscosidad en estado fundido disminuye de 1480 mPa·s a 1210 mPa·s cuando dicho adhesivo se expone a una tensión térmica.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para fabricar un adhesivo, que comprende
- 5 i) al menos un (co)polímero de polipropileno degradado y  
ii) al menos un aditivo adicional,
- por medio de extrusión, que comprende los siguientes pasos:
- 10 a) alimentar un (co)polímero de polipropileno en una primera sección (2, 102) de extrusión y posterior degradación termomecánica del (co)polímero de polipropileno en la presencia de al menos un donador de radicales en la primera sección (2, 102) de extrusión mediante tensión de cizallamiento para fabricar un (co)polímero de polipropileno degradado, en el que la temperatura de la primera sección (2, 102) de extrusión al menos en una zona está por encima del punto de reblandecimiento del (co)polímero de polipropileno;
- 15 b) transferir el (co)polímero de polipropileno degradado de la primera sección (2, 102) de extrusión a una segunda sección (3, 103) de extrusión, en la que el contenido de donador de radicales en el (co)polímero de polipropileno degradado al entrar en la segunda sección (3,103) de extrusión es menos de 0.01% en peso en base a la cantidad total de dicho (co)polímero de polipropileno degradado;
- 20 c) alimentar al menos un aditivo en la segunda sección (3, 103) de extrusión y posterior mezcla con el (co)polímero de polipropileno degradado bajo tensión de cizallamiento para fabricar el adhesivo;
- en el que la viscosidad en estado fundido determinada a 200°C del (co)polímero de polipropileno degradado al entrar en la segunda sección (3,103) de extrusión es menos de 70% de la viscosidad en estado fundido determinada a 200°C del (co)polímero de polipropileno y la temperatura más alta en la segunda sección (3, 103) de extrusión es menor que la temperatura más alta de la primera sección (2, 102) de extrusión y la primera sección (2, 102) de extrusión y la segunda sección (3, 103) de extrusión de modo que el (co)polímero de polipropileno degradado se transfiere en estado fundido desde la primera sección (2, 102) de extrusión a la segunda sección (3, 103) de extrusión.
- 30 2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el adhesivo es un adhesivo de fusión en caliente.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que dicho al menos un donador de radicales está presente en el paso a) en una cantidad de 0.02 a 5% en peso en base a la cantidad total de (co)polímero de polipropileno.
- 35 4. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que se añade un peróxido como el donador de radicales en el paso a), preferiblemente en una cantidad de 0.05 a 3% en peso en base a la cantidad total del (co)polímero de polipropileno.
- 40 5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3 o la reivindicación 4, en el que el contenido de donador de radicales en el (co)polímero de polipropileno degradado al entrar en la segunda sección (3, 103) de extrusión es menos de 0.005% en peso, preferiblemente menos de 0.001% en peso en base a la cantidad total de dicho (co)polímero de polipropileno degradado.
- 45 6. El procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el aditivo se añade en una cantidad tal que la cantidad total de aditivo en el adhesivo varié de 10 a 90% en peso.
- 50 7. El procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el aditivo es seleccionado de resinas pegajosidad, ceras, estabilizantes, agentes de reticulación, rellenos, agentes de nucleación, antioxidantes, promotores de adhesión, aceites, plastificantes, elastómeros, polímeros y/o cualquiera de sus mezclas.
8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el aditivo es una resina de pegajosidad.
- 55 9. El procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno es al menos 300 000 mPa·s y la viscosidad en estado fundido del (co)polímero de polipropileno degradado es de 500 mPa·s a 1 000 000 mPa·s, en el que las viscosidades en estado fundido son determinadas cada una a una temperatura de 200°C.
- 60 10. El procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la proporción de la temperatura más alta de la primera sección (2, 102) de extrusión a la temperatura más alta de la segunda sección (3,103) de extrusión está en el intervalo de 1.05 a 1.55.
- 65 11. El procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el adhesivo se transforma en un material a granel después de salir de la segunda sección (3, 103) de extrusión.

12. El procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 11, en el que se emplean al menos dos extrusores (10, 20), en el que se proporciona al menos un extrusor (10, 20) para cada una de la primera y segunda sección (2, 3) de extrusión.
- 5 13. El procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 11, en el que se proporciona un extrusor (100) que comprende la primera y la segunda sección (102, 103) de extrusión.
- 10 14. El procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 13, en el que se proporciona un medio (31, 113) para influir sobre la temperatura del (co)polímero de polipropileno degradado en una zona (30, 116) de transición desde la primera sección (2, 102) de extrusión en la segunda sección (3, 103) de extrusión con el fin de mantener el (co)polímero de polipropileno degradado en estado fundido.
- 15 15. El procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 14, en el que la viscosidad en estado fundido del adhesivo es de 100 mPa·s a 200 000 mPa·s y en el que la viscosidad en estado fundido se determina a una temperatura de 200°C.

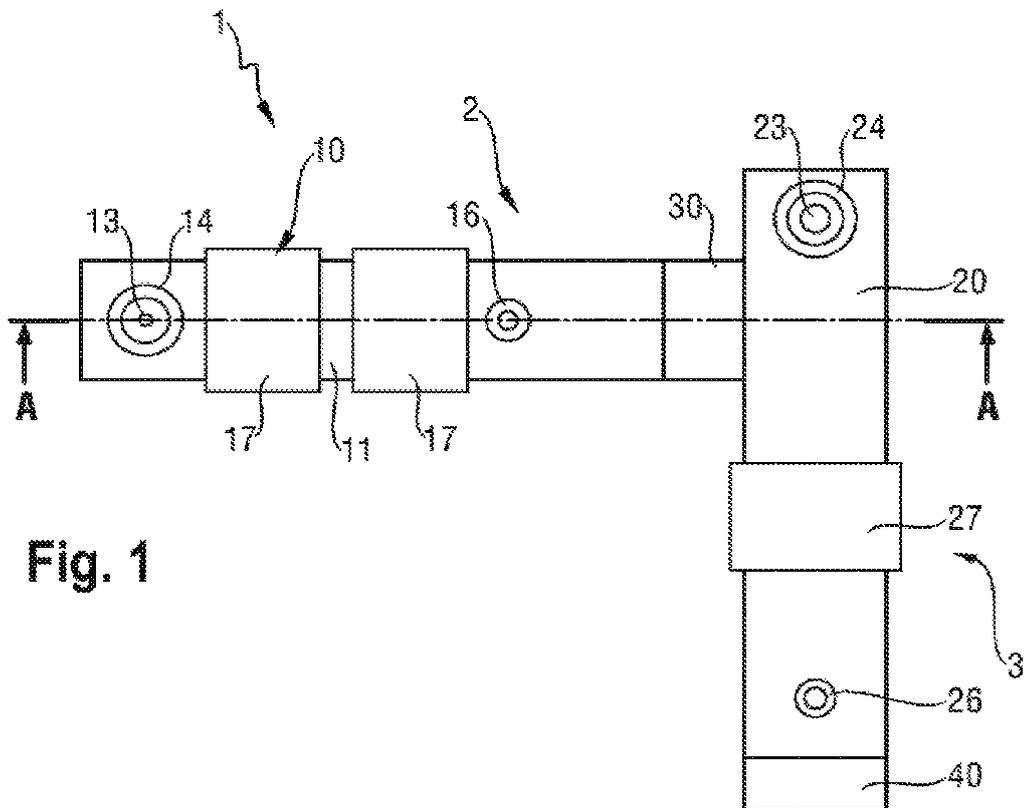


Fig. 1

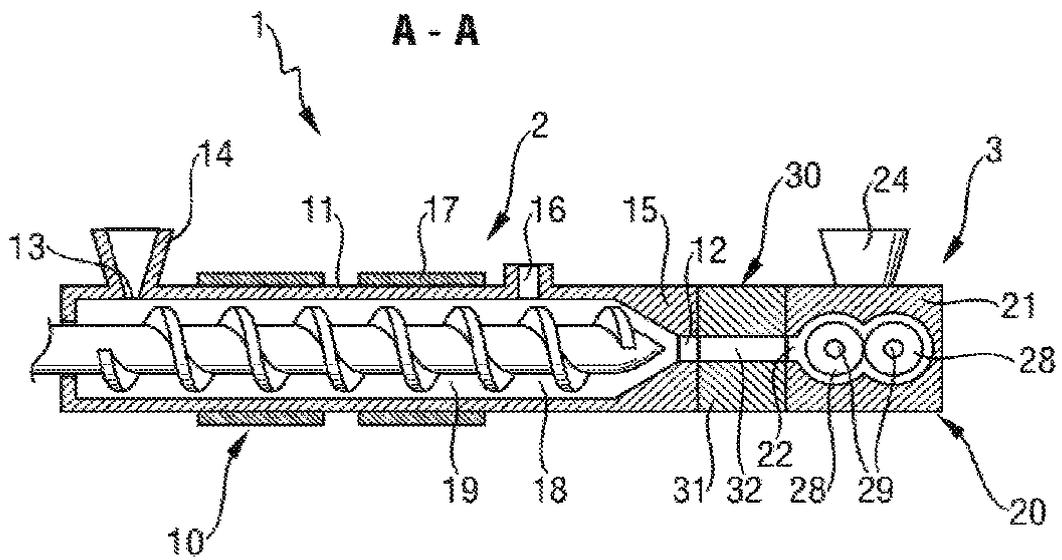
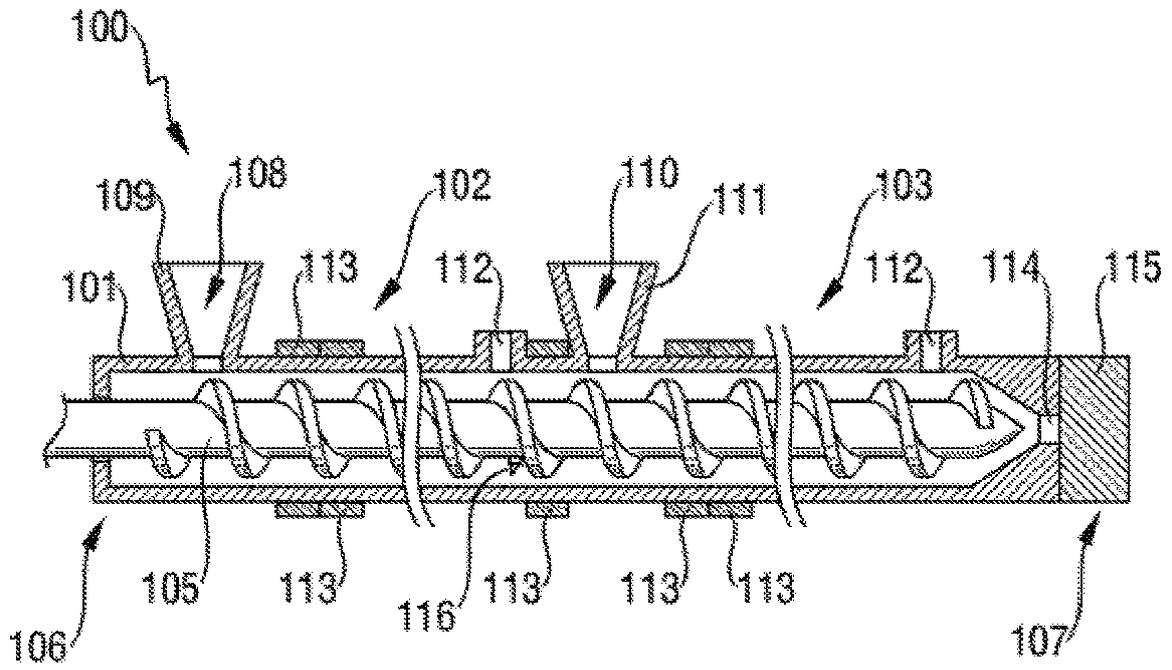


Fig. 2



**Fig. 3**