

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 657 303**

51 Int. Cl.:

**C08F 8/50** (2006.01)

**C08L 23/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.03.2015 PCT/EP2015/055167**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.10.2015 WO15150042**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.03.2015 E 15711100 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.10.2017 EP 3126408**

54 Título: **Método de fabricación de polipropileno de baja emisión**

30 Prioridad:

**31.03.2014 EP 14162786**

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

**02.03.2018**

73 Titular/es:

**SABIC GLOBAL TECHNOLOGIES B.V. (100.0%)  
Plasticslaan 1  
4612 PX Bergen op Zoom, NL**

72 Inventor/es:

**BERCX, RICK y  
GREIN, CHRISTELLE, MARIE, HÉLÈNE**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**Observaciones :**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 657 303 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**

Método de fabricación de polipropileno de baja emisión

5 La presente invención se refiere a un método para la fabricación de polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido objetivo de 10 a 200 g/10 min como se determina según ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg) y que tiene bajos valores de FOG como se determina según VDA 278.

10 El polipropileno es el material de elección para muchas aplicaciones, en particular para aplicaciones en el interior del automóvil. Uno de los requisitos del polipropileno en las aplicaciones para el interior del automóvil es que el polipropileno, o una composición basada en dicho polipropileno, tenga una emisión relativamente baja de materiales de bajo peso molecular. En otras palabras, tal polipropileno puede contener solo una cantidad muy baja de materiales de bajo peso molecular, debido a que tales materiales de bajo peso molecular pueden producir un olor desagradable, un aspecto pegajoso de la superficie, o pueden condensar en los parabrisas, produciendo así una visibilidad reducida.

15 Uno de los requisitos relacionados con tal emisión se establece en la norma VDA 278. La emisión como se determina en esa norma se denomina el valor de FOG. Por ejemplo, los fabricantes de coches pueden requerir que el valor de FOG sea normalmente como máximo 500 µg/g, más en particular como máximo 400 µg/g. Con requisitos cada vez más estrictos, se deseará en el futuro valores de FOG de como máximo 250 µg/g.

20 Actualmente, un método para reducir FOG implica mantener las pellas o los polvos de polipropileno a una cierta temperatura elevada durante una cierta cantidad de tiempo. Por ejemplo, las pellas o el polvo de polipropileno pueden ser continuamente alimentados a la parte superior de un silo donde el polipropileno es preferentemente puesto en contacto en contracorriente con una corriente de gas caliente, que puede ser, por ejemplo, nitrógeno o aire seco. En el fondo del silo se extrae entonces continuamente el polipropileno que tiene un valor de FOG reducido. Este proceso se denomina frecuentemente venteo o purga. Se observa que este venteo o purga no debe ser confundido con la eliminación de monómero sin reaccionar como se lleva a cabo normalmente directamente después de la polimerización.

25 Se desvelan procesos de venteo o purga, por ejemplo, en los documentos GB 1272778, WO 02/088194, WO2004/039848 y US 6.218.504. También existen otros métodos de eliminación de materiales de bajo peso molecular, entre los que están el arrastre con vapor o el tratamiento químico.

30 Una desventaja de una etapa de venteo es que una etapa tal aumenta el coste al producto de polipropileno final. En particular, se observa que los polipropilenos que tienen un valor de FOG inicial relativamente alto generalmente necesitan ser mantenidos durante un periodo de tiempo más largo en el equipo de venteo. Tal tiempo de residencia más largo no solo aumenta el coste global, sino que también puede tener un efecto negativo sobre las propiedades ópticas del material por que el polipropileno sufre más amarilleamiento.

Es, por tanto, un objeto de la presente invención encontrar un método de fabricación mejorado de polipropileno que tenga bajos valores de FOG, mientras que se mantienen propiedades mecánicas y reológicas deseables.

35 Este objeto se cumple según la invención que se refiere generalmente a la fabricación de polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido objetivo de 10 a 200 g/ 10 min como se determina según ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg) que comprende las etapas posteriores de

40 i) polimerizar monómero de propileno, y opcionalmente uno o más co-monómeros de alfa-olefina, para formar un polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido inicial de 0,5 a 20 g/10 min (ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg),

ii) reducir la viscosidad de dicho polipropileno para obtener polipropileno que tiene dicha velocidad de flujo del fundido objetivo y en el que la relación de velocidad de flujo del fundido objetivo con respecto a inicial es superior a 1, y

45 iii) mantener el polipropileno obtenido de la etapa ii) a una temperatura elevada durante un tiempo suficiente para reducir el valor de FOG del polipropileno como se determina según VDA 278.

50 Las etapas i) y ii) se llevan a cabo posteriormente y preferentemente directamente la una después de la otra. Es decir, la etapa ii) se lleva a cabo en el polipropileno obtenido directamente de la etapa i). Se observa, sin embargo, que la etapa i) puede incluir después de la polimerización la adición de estabilizadores comunes para prevenir la degradación del polipropileno de la etapa i), siendo tales muy conocidos para el experto. Sin embargo, cualquier composición de polipropileno, por ejemplo las composiciones obtenibles añadiendo cargas, cauchos, pigmentos y similares al polipropileno, se fabrican después de la etapa ii) o iii). Se prefiere fabricar las composiciones de polipropileno después de la etapa iii) y basándose en el polipropileno así obtenido.

Es muy conocida en la técnica la polimerización de olefinas y opcionalmente uno o más co-monómeros de alfa-olefina para formar un polipropileno. Además, es muy conocido en la técnica que la velocidad de flujo del fundido del

polipropileno obtenido pueda ajustarse seleccionando las condiciones de proceso apropiadas. La etapa i) como se han definido anteriormente es, por tanto, similar a una etapa de fabricación de un polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido inicial de 0,5 a 20 g/10 min (ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg) polimerizando monómero de propileno, y opcionalmente uno o más co-monómeros de alfa-olefina. La polimerización se lleva a cabo en un reactor como también es muy conocido para un experto. La etapa i) también puede considerarse similar para proporcionar un polipropileno no controlado por reología que tiene una velocidad de flujo del fundido inicial de 0,5 a 20 g/10 min (ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg).

El documento WO 2014/044682 desvela un proceso para la preparación de una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco, en el que la composición tiene un índice de flujo del fundido deseado en el intervalo de 1 a 200 dg/min como se mide según ISO 1133 (2,16 kg/230 °C) que comprende las etapas de

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

(b) mezclar fundida la mezcla madre con el copolímero de propileno heterofásico y un peróxido para obtener la composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco, en el que la cantidad de peróxido se elige de forma que se obtenga una composición que comprende un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero de propileno y talco que tiene el índice de flujo del fundido deseado. Esta referencia no desvela una etapa de mantener el polipropileno o la composición de polipropileno a una temperatura elevada durante un tiempo suficiente para reducir el valor de FOG. Además de esto, este documento no desvela la reducción de la viscosidad del polipropileno antes de una etapa de mantener el polipropileno a una temperatura elevada durante un cierto tiempo con el fin de reducir el valor de FOG del polipropileno.

El documento US 2010/0324225 desvela un proceso de preparación de una resina de polipropileno de reología controlada. Esta referencia no desvela una etapa de mantener el polipropileno a una temperatura elevada durante un cierto tiempo con el fin de reducir el valor de FOG del polipropileno.

El documento US 2007/0200272 desvela un método de reducción de la viscosidad de un polímero de polipropileno, copolímero o mezcla de polímeros. Esta referencia no desvela una etapa de mantener el polipropileno a una temperatura elevada durante un cierto tiempo con el fin de reducir el valor de FOG del polipropileno.

El documento WO 2012/000022 desvela un proceso de aumento del índice de flujo del fundido de un polímero de propileno, comprendiendo el proceso mezclar fundido el polímero de propileno en presencia de peróxido de hidrógeno acuoso. Esta referencia no desvela una etapa de mantener el polipropileno a una temperatura elevada durante un cierto tiempo con el fin de reducir el valor de FOG del polipropileno.

Condiciones adecuadas en la etapa iii) incluyen mantener el polipropileno obtenido en la etapa ii) a una temperatura de al menos 105 °C durante un periodo de al menos 48 h. Se prefieren periodos de 48 h a 72 h a temperatura en el intervalo de 105 - 125 °C, siendo el límite superior seleccionado de forma que el polipropileno no se pegue. Preferentemente, la etapa de mantener el polipropileno a una temperatura elevada incluye la aplicación de una corriente de purga de un gas de manera que se transporten materiales volátiles, dejando el polipropileno en partículas. Tales métodos se denominan algunas veces "venteo". La etapa de mantenimiento puede llevarse a cabo según métodos conocidos en la técnica tales como los desvelados en, por ejemplo, en los documentos GB 1272778, WO 02/088194, WO2004/039848 y US 6.218.504.

Así, el objeto se cumple según la invención que se refiere a la fabricación de polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido objetivo de 10 a 200 g/10 min como se determina según ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg) que comprende las etapas posteriores de

i) polimerizar monómero de propileno, y opcionalmente uno o más co-monómeros de alfa-olefina, para formar un polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido inicial de 0,5 a 20 g/10 min (ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg),

ii) reducir la viscosidad de dicho polipropileno para obtener polipropileno que tiene dicha velocidad de flujo del fundido objetivo y en el que la relación de segunda velocidad de flujo del fundido objetivo con respecto a la primera inicial es superior a 1, y

iii) mantener el polipropileno obtenido de la etapa ii) a una temperatura de al menos 105 °C durante un periodo de al menos 48 h.

Los presentes inventores encontraron sorprendentemente que, en comparación con los polipropilenos que tienen un flujo del fundido objetivo, pero fabricados sin una etapa de reducción de la viscosidad, el polipropileno obtenido según el método inventivo y después de reducir la viscosidad tiene un valor de FOG más bajo. Como tal, el tiempo de residencia o la temperatura durante la etapa de venteo puede reducirse, ahorrando así coste y/o aumentando el rendimiento global del proceso de fabricación. El término "reducción de la viscosidad" es muy conocido en el campo de la invención. Por ejemplo, se han desvelado métodos de reducción de la viscosidad del polipropileno en los

documentos US 4.282.076 y EP 0063654. Ambas de estas referencias del estado de la técnica desvelan que un polímero de viscosidad reducida de un peso molecular dado tiene un mejor equilibrio de procesamiento y propiedades físicas para muchos artículos fabricados a partir de él que un polímero sin viscosidad reducida que tiene el mismo peso molecular.

5 En términos generales, peso molecular más alto conduce a mejores propiedades físicas, pero peores propiedades de procesamiento; en cambio, peso molecular más bajo conduce a peores propiedades físicas, pero mejores propiedades de procesamiento. Un polímero de bajo peso molecular con estrecha distribución de peso molecular da tanto buenas propiedades físicas como de procesamiento en muchos artículos fabricados. Por tanto, ha sido un procedimiento común en el estado de la técnica polimerizar polímeros de propileno para dar un peso molecular más alto que el deseado para la aplicación final y luego reducir la viscosidad al peso molecular deseado.

10 Pueden emplearse varios tipos diferentes de reacciones químicas que son muy conocidas para reducir la viscosidad de los polímeros de propileno. Un ejemplo es la pirólisis térmica, que se lleva a cabo exponiendo un polímero a altas temperaturas, por ejemplo, en una prensa extrusora a 350 °C o más. Otro enfoque es la exposición a poderosos agentes de oxidación. Un enfoque adicional es la exposición a radiación ionizante. Se prefiere, sin embargo, que la reducción de la viscosidad se lleve a cabo usando un peróxido. Tales materiales, a temperaturas elevadas, inician una reacción en cadena de radicales libres que produce la escisión de las moléculas de polipropileno. La reducción de la viscosidad puede llevarse a cabo directamente después de la polimerización y eliminación de monómero sin reaccionar y antes de la peletización. Sin embargo, la invención no se limita a una realización tal y la reducción de la viscosidad también puede llevarse a cabo en polipropileno ya peletizado, polipropileno que generalmente contiene estabilizadores para prevenir la degradación.

15 En una realización preferida, el polipropileno que tiene la velocidad de flujo del fundido objetivo tiene un valor de FOG como se mide según VDA 278 de como máximo 600 µg/g, preferentemente como máximo 500 µg/g, más preferentemente 400 µg/g e incluso más preferentemente como máximo 250 µg/g. El experto entenderá que el término µg/g significa µg de componentes de bajo peso molecular por gramo de polipropileno.

25 Dependiendo de las condiciones en las que el polipropileno se mantiene en la etapa iii), límites inferiores prácticos incluyen al menos 25 µg/g, al menos 50 µg/g o al menos 100 µg/g.

La velocidad de flujo del fundido objetivo del polipropileno es preferentemente de 20 - 70 g/10 min o de 20 - 50 g/10 min ((ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg).

La velocidad de flujo del fundido inicial es preferentemente de 2 - 8 g/10 min ((ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg).

30 En una realización preferida, la velocidad de flujo del fundido inicial del polipropileno es de 2 - 15 g/10 min o de 2 - 8 g/10 min ((ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg) y la velocidad de flujo del fundido objetivo del polipropileno es de 20 - 50 g/10 min ((ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg).

35 En una realización preferida, la presente invención se refiere a un método para la fabricación de polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido objetivo de 10 a 100 g/ 10 min como se determina según ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg) que comprende las etapas posteriores de

i) polimerizar monómero de propileno, y opcionalmente uno o más co-monómeros de alfa-olefina, para formar un polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido inicial de 0,5 a 10 g/10 min (ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg),

40 ii) reducir la viscosidad de dicho polipropileno para obtener polipropileno que tiene dicha velocidad de flujo del fundido objetivo y en el que la relación de velocidad de flujo del fundido objetivo con respecto a inicial es superior a 1

iii) mantener el polipropileno obtenido de la etapa ii) a una temperatura elevada durante un tiempo suficiente para reducir el valor de FOG del polipropileno como se determina según VDA 278.

45 Con el fin de mantener buenas propiedades mecánicas del polipropileno en comparación con el polipropileno que tiene la velocidad de flujo del fundido objetivo que no ha sido fabricado implicando una etapa de reducción de la viscosidad, la relación de velocidad de flujo del fundido objetivo con respecto a inicial es al menos 2, preferentemente de 2 a 20, más preferentemente de 2 a 10, incluso más preferentemente de 4 a 10.

50 En principio, la presente invención no se limita a un tipo de polipropileno particular. Como tal, el polipropileno puede ser un homopolímero de propileno, un copolímero al azar de propileno -  $\alpha$ -olefina, un copolímero de bloque de propileno -  $\alpha$ -olefina, un copolímero de propileno heterofásico -  $\alpha$ -olefina y similares. En vista de la aplicación objetivo del propileno obtenible por el método de la invención, sin embargo, se prefirió que el polipropileno fuera un copolímero de propileno heterofásico. Los copolímeros de propileno heterofásicos son muy conocidos para aquellos expertos en la materia.

El polipropileno obtenido después de la etapa ii) y/o iii) puede combinarse con una o más cargas de refuerzo y/o modificadores de impacto y/o aditivos adicionales. Ejemplos de tales cargas de refuerzo incluyen fibras orgánicas, tales como fibras de aramida, carbono o poliéster; fibras inorgánicas tales como fibras de vidrio; cargas de refuerzo inorgánicas tales como talco.

- 5 Por ejemplo, el polipropileno obtenido después de la etapa ii) puede combinarse con una carga de refuerzo, tal como talco, y a partir de aquí mantenerse a una temperatura elevada para reducir el valor de FOG.

Similarmente, la carga de refuerzo puede añadirse después de que el polipropileno de la etapa ii) se haya mantenido a temperatura elevada en la etapa iii). La presente invención no se limita a este respecto y permite además la combinación de la carga de refuerzo con el polipropileno después de tanto la etapa ii) como la etapa iii).

- 10 El polipropileno obtenible por el método de la invención puede combinarse con tales materiales adicionales, por ejemplo cargas de refuerzo, usando métodos conocidos en la técnica.

Alternativamente, el polipropileno obtenido después de la etapa ii) o etapa iii) puede combinarse con uno o más de una hebra de filamento multifibra de vidrio, o mecha. Eso puede llevarse a cabo extruyendo tal hebra multifilamento a través de un baño de material termoplástico fundido que comprende o que consiste en dicho polipropileno.

- 15 Alternativamente, el material termoplástico que comprende o que consiste en dicho polipropileno se aplica como una envoltura sobre dicha hebra multifilamento. Un método tal se conoce, por ejemplo, del documento WO 2009/080821.

Las hebras multifilamento continuas (de vidrio) así cubiertas o pultrusionadas pueden cortarse en pellas de longitud deseada, tal como de 2 - 50 mm, 5 - 20 mm o 10 - 15 mm.

- 20 Aquí, nuevamente la etapa de pultrusión o envoltura puede llevarse a cabo después de la etapa ii) y antes de la etapa iii) o después de la etapa iii).

La presente invención se refiere además a un artículo para el interior del automóvil que comprende un polipropileno obtenible por el método de la invención. Tales aplicaciones pueden incluir porta-paneles de instrumentos, paneles para puertas, cuadros de mando, porta-cuadros de mando, revestimientos exteriores de puertas, elementos fijos de puertas, reposabrazos, revestimientos exteriores de pilares, revestimientos exteriores de asientos, revestimientos exteriores de maleteros, tapicerías interiores y aplicaciones en aplicaciones de HVAC.

- 25

En un aspecto adicional, la presente invención se refiere a un método para la fabricación de polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido objetivo de 10 a 200 g/10 min o 10 a 100 g/ 10 min como se determina según ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg) y un valor de FOG de como máximo 600 µg/g, preferentemente como máximo 400 µg/g, más preferentemente como máximo 250 µg/g como se determina según VDA278, comprendiendo el método las etapas posteriores de

- 30

i) polimerizar monómero de propileno, y opcionalmente uno o más co-monómeros de alfa-olefina, para formar un polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido inicial de 0,5 a 20 g/10 min o 0,5 a 10 g/10 min (ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg),

- 35 ii) reducir la viscosidad de dicho polipropileno usando un peróxido para obtener polipropileno que tiene dicha velocidad de flujo del fundido objetivo, en el que la relación de velocidad de flujo del fundido objetivo con respecto a inicial es superior a 1. Las realizaciones preferidas desveladas anteriormente en este documento también se aplican a este aspecto adicional.

En todavía un aspecto adicional, la presente invención se refiere a un método para la fabricación de un artículo que comprende las etapas de:

- 40 i) seleccionar un polipropileno de reología no controlada que tiene una velocidad de flujo del fundido objetivo y que tiene propiedades adecuadas para el artículo,

- 45 ii) polimerizar monómero de propileno, y opcionalmente uno o más co-monómeros, en condiciones que permitan la fabricación del polipropileno de la etapa i) de forma que el polipropileno obtenido en la etapa ii) se diferencie del polipropileno en la etapa i) en que tiene una velocidad de flujo del fundido inicial más baja que MFR objetivo,

iii) reducir la viscosidad del polipropileno obtenido en la etapa ii) desde la velocidad de flujo del fundido inicial a la velocidad de flujo del fundido objetivo

iv) moldear el polipropileno de la etapa iii) en el artículo

- 50 La velocidad de flujo del fundido objetivo es preferentemente de 10 a 100 g/ 10 min como se determina según ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg) y la velocidad de flujo del fundido inicial es preferentemente de 0,5 a 10 g/10 min (ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg).

Las realizaciones preferidas desveladas anteriormente en este documento también se aplican a este aspecto adicional.

La presente invención se explicará ahora adicionalmente basándose en los siguientes ejemplos no limitantes.

Mediciones

5 La velocidad de flujo del fundido se determinó según ISO 1133 a 230 °C y 2,16 kg.

Los valores de FOG se determinaron según VDA 278.

10 Se determinó FOG según VDA 278:2011 a partir de pellas. FOG según VDA 278 es la suma de todos los compuestos orgánicos de baja volatilidad, que tienen un tiempo de elución superior o igual al n-tetradecano. Se calcula FOG como equivalente de tetradecano (TE). FOG según VDA 278 representa compuestos orgánicos en el intervalo de punto de ebullición de los n-alcanos C<sub>14</sub> a C<sub>32</sub>. Las normas de VDA son publicadas por "Verband der Automobilindustrie". Las normas de VDA usadas en el presente documento están disponibles de Dokumentation Kraftfahrwesen (DKF); Ulrichstrasse 14, D-74321 Bietigheim-issingen, Alemania, o puede ser descargadas de la página web (www.dkf-ev.de).

Experimentos

15 Se fabricaron cinco polvos base de copolímeros de propileno (heterofásico) por copolimerización de propileno y etileno usando dos reactores en series. En el primer reactor se preparó la fase de matriz de homopolímero de propileno. Después de la polimerización, el polvo del primer reactor se transportó al segundo reactor donde continuó la polimerización y en el que se preparó la fase de caucho que consiste en un copolímero de etileno-propileno. La Tabla 1 a continuación proporciona una visión general de los polvos A - E que se prepararon de este modo. MFR\_1 representa la velocidad de flujo del fundido del polímero de propileno fabricado en el primer reactor, mientras que MFR\_total representa la velocidad de flujo del fundido del producto final, es decir, el polipropileno heterofásico. RCC2 representa el porcentaje en peso de etileno y basado en el copolímero de etileno-propileno de la fase de caucho del copolímero heterofásico, mientras que RC representa la cantidad de fase de caucho basada en el peso total del polipropileno heterofásico.

25 **Tabla 1**

Polvo de copol.	Reactor 1	Reactor 2		
	MFR_1 (g/ 10 min)	MFI_total (g/ 10 min)	RCC2 (% en peso)	RC (% en peso)
A	0,55	0,27	55	15,5
B	4,7	1,5	56,5	24,5
C	10,7	5,3	58	16,0
D	28	13,5	58	16,0
E	68	32	53	18,5

A partir de estos polvos se fabricaron polipropilenos por tamizado, o reduciendo la viscosidad, de los polvos a una velocidad de flujo del fundido más alta.

30 Esto se hizo alimentando el polvo a una prensa extrusora y añadiendo Luperco 802PP40 como peróxido (1,4-bis(2-terc-butilperoxipropan-2-il)benceno, Número de registro CAS: 2781-00-2) en diferentes cantidades. La Tabla 2, Tabla 3 y Tabla 4 a continuación exponen más detalles de estos experimentos de reducción de la viscosidad. Además del peróxido, también se añadieron algunos aditivos (0,74 partes en peso) comunes en la materia. El paquete de aditivos fue el mismo para todos los experimentos.

**Tabla 2**

	A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	B5
A	99,26	99,23	99,18	99,15	99,03					
B						99,26	99,23	99,19	99,13	99,03
Peróxido	0	0,03	0,08	0,11	0,23	0	0,03	0,07	0,13	0,23

	A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	B5
Aditivos	0,74	0,74	0,74	0,74	0,74	0,74	0,74	0,74	0,74	0,74
MFR [g/10 min]	0,35	1,5	4,7	7,2	23,4	1,6	4,3	8,7	16,3	32,1
FOG [ $\mu\text{g/g}$ ]	37	103	325	200	252	215	287	332	410	536

**Tabla 3**

	C1	C2	C3	C4	C5	D1	D2	D3	D4
C	99,26	99,23	99,19	99,15	99,06				
D						99,26	99,21	99,15	99,12
Peróxido	0	0,03	0,07	0,11	0,20	0	0,05	0,11	0,14
Aditivos	0,74	0,74	0,74	0,74	0,74	0,74	0,74	0,74	0,74
MFR [g/10 min]	5,7	11,9	21,2	32,2	66,3	12,8	32,3	65,8	77,3
FOG [ $\mu\text{g/g}$ ]	477	446	518	526	690	665	747	876	693

**Tabla 4**

	E1	E2	E3
E	99,26	99,22	99,19
Peróxido	0	0,04	0,07
Aditivos	0,74	0,74	0,74
MFR [g/10 min]	30,5	49,3	74,7
FOG [ $\mu\text{g/g}$ ]	848	1010	959

5

Como experimento de comprobación se llevó a cabo F, que era una serie basada en un polvo de polímero similar al polvo del experimento C, pero operando a una escala industrial. El polvo del experimento F se redujo en viscosidad a una velocidad de flujo del fundido de aproximadamente 35 gramos por 10 min.

10 Los datos proporcionados en las tablas anteriores se combinan en la Figura 1, en la que el experimento "F" también se añade. El gráfico en la Figura 1 muestra la velocidad de flujo del fundido en el eje horizontal, mientras que en el eje vertical se representa el valor de FOG. Se añaden líneas de tendencia para ilustrar el efecto observado por los presentes inventores.

15 De la Figura 1 puede en primer lugar observarse que la reducción de la viscosidad de un material a una velocidad de flujo del fundido más alta generalmente produce un aumento del valor de FOG. Esto es en particular cierto para el polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido inicial relativamente baja.

20 El gráfico, sin embargo, también muestra que el valor de FOG de un material que tiene un cierto índice de flujo del fundido depende de la velocidad de flujo del fundido inicial. Por ejemplo, el gráfico, además de las tablas, muestra que un material que tiene una velocidad de flujo del fundido de aproximadamente 12 g/10 min y que se fabrica a partir de un material que tiene una velocidad de flujo del fundido inicial de entre 0,5 y 10 g/10 min tiene un valor de FOG más bajo que un material que se polimerizó de forma que tuviera una velocidad de flujo del fundido inicial de aproximadamente 12 g/10 min.

Los presentes inventores han encontrado además que las propiedades mecánicas de los materiales de viscosidad reducida son todavía aceptables en comparación con los materiales no de viscosidad reducida que tienen la misma velocidad de flujo del fundido.

25

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para la fabricación de polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido objetivo de 10 a 200 g/10 min como se determina según ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg) que comprende las etapas posteriores de
- 5 i) polimerizar monómero de propileno, y opcionalmente uno o más co-monómeros de alfa-olefina, para formar un polipropileno que tiene una velocidad de flujo del fundido inicial de 0,5 a 20 g/10 min (ISO 1133, 230 °C, 2,16 kg),
- ii) reducir la viscosidad de dicho polipropileno de la etapa i) para obtener polipropileno que tiene dicha velocidad de flujo del fundido objetivo y en el que la relación de velocidad de flujo del fundido objetivo con respecto a inicial es superior a 1
- 10 iii) mantener el polipropileno obtenido de la etapa ii) a una temperatura de al menos 105 °C durante un periodo de al menos 48 h.
2. El método de la reivindicación 1, en el que el valor de FOG como se mide según VDA 278 del polipropileno obtenido después de la etapa iii) y que tiene la velocidad de flujo del fundido objetivo es como máximo 600 µg/g, preferentemente como máximo 400 µg/g, más preferentemente como máximo 250 µg/g.
- 15 3. El método de una cualquiera o más de las reivindicaciones 1 – 2, en el que la velocidad de flujo del fundido objetivo es de 20 - 70 g/10 min y/o en el que la velocidad de flujo del fundido inicial es de 2 - 15 g/10 min.
4. El método de una cualquiera o más de las reivindicaciones 1 – 3, en el que la relación de velocidad de flujo del fundido objetivo con respecto a inicial es al menos 2, preferentemente de 2 a 20, más preferentemente de 4 a 10.
- 20 5. El método de una cualquiera o más de las reivindicaciones 1 – 4, en el que el polipropileno es un copolímero de propileno heterofásico.
6. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 – 5, en el que la reducción de viscosidad de se lleva a cabo usando un peróxido.
7. Un método para la fabricación de un polipropileno reforzado que comprende la fabricación de polipropileno según una cualquiera o más de las reivindicaciones 1 – 6, en el que se combinan una o más cargas de refuerzo con el polipropileno obtenido después de la etapa ii) y/o etapa iii).
- 25 8. El método de la reivindicación 7, en el que el polipropileno obtenido después de la etapa ii) y/o etapa iii) y la(s) carga(s) de refuerzo se combinan en una prensa extrusora para formar un compuesto de polipropileno.
9. El método de la reivindicación 7, en el que el polipropileno reforzado es un polipropileno reforzado con fibra y en el que el método comprende además aplicar un material termoplástico que comprende o que consiste en el polipropileno obtenido después de la etapa ii) o iii) como envoltura sobre dicha hebra multifibra.
- 30 10. El método de la reivindicación 7, en el que el polipropileno reforzado es un polipropileno reforzado con fibra y en el que el método comprende además tirar de una hebra multifibra continua a través de un material termoplástico que comprende o que consiste en el polipropileno obtenido después de la etapa ii) o iii) en un estado fundido.
11. El método según la reivindicación 9 o 10, que comprende además cortar la hebras multifilamento continua cubierta o pultrusionada obtenida en pellas que tienen una longitud de 2 - 50 mm, preferentemente de 5 - 20 mm, tal como de 10 - 15 mm.
- 35 12. Una composición termoplástica obtenible por el método según una cualquiera o más de las reivindicaciones 7 - 11.
13. Artículo para el interior del automóvil que comprende el polipropileno obtenible por el método según una cualquiera o más de las reivindicaciones 1 - 11.
- 40 14. El artículo para el interior del automóvil de la reivindicación 13 que tiene un valor de FOG como se mide según VDA 278 de como máximo 400 µg/g, más preferentemente como máximo 250 µg/g.



FIGURA 1

