

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 664 343**

51 Int. Cl.:

C08J 5/04 (2006.01)

C08J 5/10 (2006.01)

C08L 23/10 (2006.01)

C08L 23/12 (2006.01)

C08L 23/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.03.2014** **PCT/EP2014/055466**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.09.2014** **WO14147103**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.03.2014** **E 14711245 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.01.2018** **EP 2976381**

54 Título: **Composiciones de polipropileno reforzado con fibras de bambú**

30 Prioridad:

19.03.2013 EP 13160018

13.01.2014 EP 14150945

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
19.04.2018

73 Titular/es:

**TOTAL RESEARCH & TECHNOLOGY FELUY
(100.0%)**

**Zone Industrielle C
7181 Seneffe, BE**

72 Inventor/es:

**DESILLE, GABRIEL y
SCHILS, CAROLINE**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 664 343 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

Composiciones de polipropileno reforzado con fibras de bambú

Campo de la invención

5 La invención se refiere a composiciones de polipropileno reforzado con fibras de bambú. La invención también se refiere a el proceso de producción de tales composiciones. Adicionalmente, se refiere a productos que comprenden tales composiciones de polipropileno reforzado con fibras de bambú.

El problema técnico y el estado de la técnica

10 Las composiciones de polipropileno, y con base en polipropileno, se emplean comúnmente en aplicaciones estructurales en automóviles.

15 Una solución conocida para abordar las necesidades de rendimiento de las composiciones de polipropileno es introducir componentes elastoméricos o talco en la composición para mejorar la dureza y el comportamiento de impacto. Otra posibilidad es introducir fibras tales como fibras de vidrio o fibras naturales. De hecho, los plásticos reforzados con fibras muestran una mayor resistencia y rigidez que los plásticos no reforzados. Por ejemplo, el documento US2012/0157631 describe un compuesto de polipropileno/elastomérico reforzado con fibras que comprende fibras de un material sólido, flexible injertado en el polímero de propileno, donde las fibras están presentes en el intervalo de 10 % en peso a 80 % en peso con base en el peso total del compuesto.

20 El documento EP1950242 se refiere a compuestos híbridos de polipropileno con agentes de refuerzo. El polipropileno empleado, BG055AI, es un polímero de propileno heterofásico que muestra un módulo de tracción de 1.850 Mpa. Con el fin de lograr un buen equilibrio entre las propiedades de tracción y las propiedades de impacto, el polímero de propileno heterofásico se refuerza con agentes de refuerzo orgánicos e inorgánicos. El agente orgánico de refuerzo es preferiblemente fibras de tereftalato de polietileno (PET), con una longitud de fibra de 4 a 6 mm.

25 Se requiere que varias industrias, como la industria automotriz, usen material de bio, tal como material reciclado, calidades de cargas de fibras naturales y polímeros "bio". Sin embargo, es difícil obtener la rigidez requerida para los productos destinados a la industria automotriz con relación a demás propiedades con materiales reciclados. De hecho, se sabe que los materiales reciclados tienen rendimientos de olor que no cumplen con los estándares automotrices. Por lo tanto, existe la necesidad de nuevas composiciones de polipropileno reforzado con fibras que puedan calificarse como materiales de bio, por una parte, y que cumplan con las especificaciones del fabricante automotriz, por ejemplo, impacto y rigidez.

35 Además, la industria automotriz también enfrenta límites regulatorios para las emisiones de CO₂, que recurren a una búsqueda constante para reducir el peso del vehículo. Por lo tanto, existe la necesidad de reducir el peso de los artículos de plástico usados como guarniciones interiores o exteriores, parte o estructura de un automóvil, y por lo tanto una necesidad de material utilizable para formar tales artículos de plástico que muestran buenas propiedades en términos de resistencia y rigidez con un peso reducido. Preferiblemente, dicho material debería ser adecuado para el moldeo por inyección y/o debería mostrar propiedades de impacto mejoradas.

40 Por lo tanto, un problema general para las composiciones de propileno usadas en estas aplicaciones es conciliar los requisitos opuestos de baja densidad, alta capacidad de procesamiento y buen equilibrio de propiedades de rigidez e impacto.

45 El bambú se ha convertido en un foco de interés en los últimos años como fuente natural de fibras para el refuerzo de poliolefinas, tal como el polipropileno o el polietileno. El bambú ofrece la ventaja de ser una fuente natural de fibras. El bambú está abundantemente disponible en muchos países. El bambú es una de las plantas renovables más rápidas con un ciclo de maduración de 3-4 años. El bambú tiene excelentes propiedades mecánicas en comparación con su peso, debido a las fibras alineadas longitudinalmente.

50 El documento US5882745 divulga material composite de polipropileno en el que el homopolímero de propileno se refuerza mediante la inclusión de fibras de bambú. El material composite de polipropileno muestra un contenido de fibras de bambú que varía entre el 20 % en peso y el 60 % en peso con respecto al peso total del material composite de polipropileno. Con preferencia, la fracción en peso de las fibras de bambú es de aproximadamente 50 % en peso a aproximadamente 60 % en peso. El material composite de polipropileno comprende al menos 16 % en peso de polipropileno maleado para promover la unión entre las fibras de bambú y la matriz de polipropileno.

55 El rendimiento tecnológico de la composición de polímero reforzado con bambú depende en gran medida de la calidad de la fibra, la interface de fibra de polímero y las proporciones de mezcla de fibra y polímero. Por lo tanto, todavía existe la necesidad de una composición de polímero reforzado con bambú que muestre propiedades mecánicas mejoradas junto con un peso reducido.

Breve descripción de la invención

Los inventores han encontrado que al menos uno de los objetivos mencionados anteriormente puede cumplirse proporcionando una composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú que comprende fibras de bambú en un contenido de 2 % en peso a 40 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno, en la que la composición de propileno comprende además un polímero de propileno heterofásico y un agente de acoplamiento. Las composiciones de polipropileno reforzado con fibras de bambú de acuerdo con la invención muestran las siguientes propiedades:

- el índice de flujo en fundido es al menos 5 g/10 min a 190 °C bajo una carga de 2,16 kg;
- la densidad está en el intervalo de 0,900 y 1,010 g/cm³; y
- el módulo de flexión está en el intervalo de 1.100 MPa y 4.000 MPa.

Las composiciones de la invención muestran una densidad mejorada, es decir, una densidad inferior a las composiciones conocidas, junto con una capacidad de procesamiento mejorada y un buen equilibrio de propiedades de rigidez e impacto.

La composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú de la invención comprende un copolímero de propileno heterofásico, frecuentemente también denominados "copolímeros de impacto" o "copolímeros de bloques de propileno".

Se ha encontrado que, para un contenido dado de fibras de bambú, las composiciones de propileno reforzadas con fibras de bambú de la invención muestran un módulo de tracción mejorado y/o un módulo de flexión mejorado, en comparación con composiciones reforzadas con fibras de bambú de la técnica anterior como se divulga en el documento US5882745, por ejemplo. Las composiciones de la invención también muestran una mejor resistencia a la tracción que las composiciones conocidas. Los expertos en la técnica conocen los polímeros de propileno heterofásicos por que muestran una menor resistencia a la tracción pero mejores propiedades de impacto que el homopolímero de propileno. Por lo tanto, la mejora no solo de las propiedades de impacto sino también de las propiedades de rigidez fue inesperada.

Además, y al contrario de la enseñanza del documento US5882745 que requiere al menos 16 % en peso de MAPP como agente de acoplamiento para lograr buenas propiedades mecánicas (tales como buen módulo de tracción y buena resistencia a la tracción), los resultados mejorados de las composiciones de la invención se obtienen con un contenido del agente de acoplamiento que está por debajo de 10 % en peso.

En comparación con las composiciones reforzadas de la técnica anterior que contienen polímeros de propileno heterofásicos, las composiciones de la invención también muestran mejores resultados con respecto al módulo de tracción y/o el módulo de flexión, así como a las propiedades de impacto mejoradas. De hecho, se ha encontrado que las fibras de bambú poseen propiedades de rigidez más altas que otras fibras orgánicas tales como fibras de PET (como se divulga en el documento EP1950242). Por lo tanto, para un contenido dado de fibras añadidas en la composición, se puede obtener un mejor aumento de las propiedades de rigidez. Este resultado inesperado permite usar, como material de partida, polímeros de propileno heterofásicos que tienen un módulo de tracción más bajo, y/o módulo de flexión, que en la técnica anterior, que permiten así una mejora de las propiedades de impacto de las composiciones finales.

Además, contrariamente a lo que se enseña en el documento EP1950242 de acuerdo con el cual el refuerzo de polipropileno con las fibras orgánicas no puede proporcionar el equilibrio deseado de propiedades de tracción e impacto, de modo que se debe usar una mezcla de agente de refuerzo orgánico e inorgánico, las composiciones de la invención logran tal equilibrio con el uso de un agente de refuerzo orgánico solamente. La posibilidad dada por la invención para eliminar o minimizar el uso de un agente de refuerzo inorgánico permite la obtención de composiciones con una densidad menor, por lo tanto un peso reducido, en comparación con la composición conocida.

La composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú de acuerdo con la invención muestra un índice de flujo en fundido mejorado de al menos 5 g/10 min (190°C – 2.16 kg) para facilitar el moldeo por inyección. Las realizaciones de las composiciones de la invención muestran una mejora en el módulo de flexión en comparación con las composiciones conocidas. Las composiciones de la invención también tratan con densidad mejorada con el fin de reducir el peso de los artículos producidos a partir de dicha composición y/o propiedades de impacto mejoradas en comparación con composiciones conocidas para aplicaciones similares.

La invención también se refiere a un proceso para producir dicha composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú.

La invención se relaciona además con el uso de tal composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú para artículos, en particular artículos moldeados, así como artículos que comprenden tales composiciones de

polipropileno reforzado con fibras de bambú.

Sumario de la invención

- 5 Es un objeto de la presente invención proporcionar una composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú que comprende:
- 10 a) al menos 50 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de un copolímero de propileno heterofásico;
- b) de 2 a 40 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de las fibras de bambú;
- c) de 0,1 a 10 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de un agente de acoplamiento;
- d) de 0 a 30 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de una carga inorgánica;
- 15 dicha composición muestra las siguientes propiedades:
- el índice de flujo en fundido es de al menos 5 g/10 min a 190 °C bajo una carga de 2,16 kg;
 - la densidad está en el intervalo de 0,900 y 1,010 g/cm³;
 - el módulo de flexión está en el intervalo de 1.100 MPa y 4.000 MPa.
- 20 Preferiblemente, el módulo de tracción de la composición de la invención está en el intervalo de 1.100 MPa y 4.000 MPa.
- 25 Además, la composición de la invención muestra propiedades de impacto adecuadas tales como Charpy en entalla (a 23°C) de al menos 3 kJ/m², preferiblemente al menos 3,5 kJ/m². En una realización, la composición comprende de 2 a 17 % en peso de fibras de bambú y la resistencia al impacto Charpy en entalla a 23°C de acuerdo con ISO 179, es al menos 8 kJ/m², preferiblemente al menos 10 kJ/m².
- 30 Con preferencia, la composición de la invención muestra propiedades de impacto adecuadas tales como Charpy en entalla (a -20°C) de al menos 3,5 kJ/m², preferiblemente al menos 4 kJ/m².
- Preferiblemente, el índice de flujo en fundido de la composición, medido a 190 °C bajo una carga de 2,16 kg es al menos 5,5 g/10 min, preferiblemente al menos 6 g/10 min, más preferiblemente al menos 7 g/10 min.
- 35 El índice de flujo en fundido de la composición también se puede medir a 230 °C bajo una carga de 2,16 kg y es al menos 10 g/10 min, preferiblemente 12 g/10 min, preferiblemente al menos 15 g/10 min, preferiblemente al menos 20 g/10 min, más preferiblemente al menos 25 g/10 min, lo más preferiblemente al menos 30 g/10 min.
- 40 La composición de polímero de propileno con refuerzo de fibras de bambú comprende un copolímero de propileno heterofásico, fibras de bambú y un agente de acoplamiento, que cuando se toman juntos comprenden preferiblemente al menos 70 % en peso de la composición de polímero de propileno con refuerzo de fibras de bambú, más preferiblemente al menos 80 % en peso, o al menos 90 % en peso, o al menos 95 % en peso de la composición de polímero de propileno reforzado con fibras de bambú. El restante puede estar compuesto, por ejemplo, de aditivos y/o agentes de nucleación como se define a continuación. El restante puede comprender además una carga inorgánica.
- 45 Los aditivos son tales como, por ejemplo, antioxidantes, estabilizadores de luz, captadores de ácidos, lubricantes, agentes antiestáticos, cargas, agentes de nucleación, agentes clarificadores, colorantes. Se proporciona una descripción general de los aditivos útiles en *Plastics Additives Handbook*, ed. H. Zweifel, 5ª edición, Hanser Publishers.
- 50 Preferiblemente, el copolímero de propileno heterofásico puede contener uno o más agentes de nucleación. El agente de nucleación usado en la presente invención puede ser cualquiera de los agentes de nucleación conocidos por la persona experta. Sin embargo, se prefiere que el agente de nucleación se seleccione del grupo que consiste en talco, sales de carboxilato, acetales de sorbitol, sales de éster de fosfato, bencenotricarboxamidas sustituidas y agentes de nucleación poliméricos, así como mezclas de estos. Los agentes de nucleación más preferidos son talco, sales de carboxilato y sales de éster de fosfato.
- 55 En una realización, el copolímero de propileno heterofásico es una mezcla de un copolímero de propileno heterofásico con al menos un polímero seleccionado de un copolímero de propileno heterofásico, un copolímero aleatorio, un homopolímero de propileno.
- 60 En otra realización, el copolímero de propileno heterofásico se produce por medio de una mezcla de polímeros que comprende:
- 65 - de 50 a 98 % en peso de la mezcla de polímeros, de un primer polímero que es un copolímero de propileno

heterofásico que muestra un índice de flujo en fundido medido a 230 °C bajo una carga de 2,16 kg que varía de 5 a 25 g/10 min; y

- de 2 a 50 % en peso de la mezcla de polímeros, de un segundo polímero que es un copolímero de propileno heterofásico que muestra un índice de flujo en fundido medido a 230°C bajo una carga de 2,16 kg durante 25 g/10 min;

en el que el copolímero de propileno heterofásico producido por medio de tal mezcla de polímero muestra un índice de flujo en fundido medido a 230 °C bajo una carga de 2,16 kg de al menos 15 g/10 min, preferiblemente al menos 18 g/10 min, más preferiblemente al menos 20 g/10 min.

El copolímero de propileno heterofásico comprende un polipropileno en una fase de matriz y un caucho en una fase dispersa; en el que el polipropileno en la fase de matriz comprende propileno y como máximo 1 % en peso, con relación al peso total de dicha composición de polipropileno, de uno o más comonómeros seleccionados del grupo que consiste en etileno y alfa-olefinas C₄-C₁₀; y el caucho en la fase dispersa aumenta desde al menos 5 % en peso hasta como máximo 30 % en peso con relación al peso total del copolímero de propileno heterofásico.

Con preferencia, el polipropileno que sirve como matriz en el copolímero de propileno heterofásico es un homopolímero de propileno (es decir, con un contenido de comonómero de 0 % en peso) o un copolímero de propileno minialeatorio (es decir, con un contenido de comonómero de 0,05 % en peso a 1 % en peso %, con preferencia de 0,05 % en peso a 0,5 % en peso). Con preferencia, las alfa-olefinas C₄-C₁₀ se seleccionan del grupo que consiste en 1-buteno, 1-penteno, 4-metil-1-penteno, 1-hexeno y 1-octeno. Más preferiblemente, el uno o más comonómeros es etileno. Lo más preferiblemente, el polímero de propileno que sirve como matriz en el copolímero de propileno heterofásico es un homopolímero de propileno.

El caucho consiste en un copolímero de etileno y al menos una olefina adicional diferente de etileno. Preferiblemente, la al menos una olefina adicional se selecciona de las alfa-olefinas del grupo C₃-C₁₀. Más preferiblemente, se selecciona del grupo que consiste en propileno, 1-buteno, 1-penteno, 4-metil-1-penteno, 1-hexeno y 1-octeno. Incluso más preferiblemente es propileno o 1-buteno. Lo más preferiblemente es propileno. Por lo tanto, el caucho más preferido es el caucho de etileno propileno (EPR).

Para la invención, el caucho tiene una viscosidad intrínseca η_R de al menos 2,0 dl/g, medida en tetralina a 135°C siguiendo ISO 1628. Preferiblemente, el caucho tiene una viscosidad intrínseca η_R de al menos 2,5 dl/g, más preferiblemente de al menos 3,0 dl/g, y como máximo 5,5 dl/g, preferiblemente como máximo 5,0 dl/g y más preferiblemente como máximo 4,5 dl/g.

En una realización, la composición de polipropileno comprende el caucho en una cantidad de al menos 8 % en peso, preferiblemente al menos 10 % en peso con relación al peso total del copolímero de propileno heterofásico.

En otra realización, la composición de polipropileno comprende el caucho en una cantidad de como máximo 25 % en peso, preferiblemente como máximo 20 % en peso con relación al peso total del copolímero de propileno heterofásico.

La composición de polímero de propileno con refuerzo de fibras de bambú comprende un copolímero de propileno heterofásico, muestra las siguientes propiedades:

- i. un índice de flujo en fundido medido a 230 °C bajo una carga de 2,16 kg de al menos 15 g/10 min, preferiblemente al menos 18 g/10 min, más preferiblemente al menos 20 g/10 min;
- ii. un módulo de flexión de al menos 850 MPa, preferiblemente al menos 1.000 MPa, más preferiblemente al menos 1.100 MPa, lo más preferiblemente al menos 1.300 MPa;
- iii. una densidad de al menos 0,890 g/cm³, preferiblemente 0,900 g/cm³.

El módulo de flexión es como máximo 1.800 MPa, preferiblemente máximo 1.700 MPa, lo más preferiblemente máximo 1,650 MPa.

El módulo de tracción del copolímero de propileno heterofásico es al menos 850 MPa, preferiblemente al menos 1.000 MPa, más preferiblemente al menos 1.100 MPa, lo más preferiblemente al menos 1.300 MPa.

El módulo de tracción es como máximo 1.800 MPa, preferiblemente máximo 1.700 MPa, lo más preferiblemente máximo 1650 MPa.

El copolímero de propileno heterofásico se produce usando un catalizador de Ziegler-Natta.

Las fibras de bambú muestran una longitud promedio de como máximo 1.500 μ m, preferiblemente máximo 1.300 μ m, más preferiblemente máximo 1.000 μ m, lo más preferiblemente máximo 800 μ m.

- Se prefiere una longitud promedio de fibras de bambú de como máximo 1.500 μm , preferiblemente 1.000 μm , para obtener un buen módulo de flexión o para mejorar el módulo de flexión sobre la composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú. Se prefiere una longitud promedio de fibras de bambú de como máximo 800 μm , preferiblemente 500 μm para mejorar las propiedades de impacto (es decir, la resistencia al impacto Charpy en entalla a 23 °C) sobre la composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú. Sin embargo, también se pueden obtener buenos resultados con respecto a las propiedades de impacto con fibras de bambú de como máximo 1.500 μm .
- La densidad de las fibras de bambú es de al menos 0,3 g/cm³, preferiblemente al menos 0,4 g/cm³, más preferiblemente al menos 0,5 g/cm³, lo más preferiblemente al menos 0,6 g/cm³. Preferiblemente, la densidad de las fibras de bambú varía de 0,6 a 1,4 g/cm³ y/o el contenido de agua de las fibras es al menos 5 % en peso, preferiblemente al menos 6 % en peso. De acuerdo con la invención, no es necesario secar las fibras de bambú antes de mezclarlas con el copolímero de propileno heterofásico.
- La densidad aparente de las fibras de bambú es como máximo 0,25 g/cm³, preferiblemente como máximo 0,22 g/cm³.
- En una realización, las composiciones de polipropileno reforzado con fibras de bambú comprenden de 2 a 17 % en peso de fibras de bambú, con preferencia de 3 % en peso a 15 % en peso, con preferencia de 5 % en peso a 10 % en peso.
- En otra realización de la invención, las composiciones de polipropileno reforzado con fibras de bambú comprenden desde más de 17 % en peso a 40 % en peso, preferiblemente 18 a 40 % en peso de fibras de bambú, con preferencia de 20 % en peso a 35 % en peso, con preferencia de 25 % en peso a 30 % en peso.
- El agente de acoplamiento es preferiblemente polipropileno maleado (MAPP). El agente de acoplamiento puede prepararse por mezcla directamente reactiva de polipropileno con anhídrido maleico (MAH) y un iniciador de peróxido de acuerdo con el procedimiento divulgado por C. W. Lin, J. Mater. Sci., Lett., 12, 612 - 614 (1993). El MAPP también se puede comprar a los fabricantes. El agente de acoplamiento se selecciona con un contenido de anhídrido maleico de al menos 1 % en peso, preferiblemente el contenido de anhídrido maleico está en el intervalo de 1 a 5 % en peso de la composición de polipropileno maleado.
- Con preferencia, la composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú comprende al menos 0,1 % en peso con respecto al peso total de la composición de un agente de acoplamiento, preferiblemente al menos 0,3 % en peso, lo más preferiblemente al menos 0,5 % en peso y/o 8 % en peso como máximo con relación al peso total de la composición de un agente de acoplamiento, preferiblemente máximo 6 % en peso, lo más preferiblemente máximo 5 % en peso.
- La carga inorgánica se selecciona del grupo que consiste en: talco, carbonato de calcio, hidróxido de calcio, sulfato de bario, mica, silicato de calcio, arcilla, caolín, sílice, alúmina, wollastonita, carbonato de magnesio, hidróxido de magnesio, óxido de titanio, óxido de cinc, sulfato de cinc, y combinaciones de los mismos. Con preferencia, la carga inorgánica es talco.
- La presencia de una carga inorgánica en la composición ayuda a aumentar el módulo de flexión de los artículos producidos a partir de dicha composición, pero también aumentará su densidad.
- Con preferencia, la composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú comprende de 1 a 30 % en peso con relación al peso total de la composición de una carga inorgánica, preferiblemente de 5 a 20 % en peso, y más preferiblemente de 8 a 15 % en peso.
- Es otro objeto de la invención divulgar un procedimiento para preparar una composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú como se definió anteriormente, que comprende los pasos de:
- introducir el copolímero de polipropileno heterofásico y el agente de acoplamiento en un extrusor a través de un primer orificio de alimentación para formar una mezcla;
 - mezclar la mezcla a un estado fundido;
 - amasar la mezcla fundida con fibras de bambú y opcionalmente carga inorgánica, las fibras de bambú y la carga orgánica opcional se introducen en la extrusora a través de un segundo puerto de alimentación situado corriente abajo del primer puerto de alimentación.
- En una realización preferida, las fibras de bambú no se someten a un paso de secado previo antes de ser introducidas en la extrusora. Por lo tanto, las fibras de bambú se introducen en el extrusor en un estado no pre secado.
- En otra realización, las fibras de bambú se someten a un paso de secado previo antes de ser introducidas en la extrusora, tal etapa de secado previo se realiza manteniendo la temperatura de secado por debajo de 100°C.

Un objeto adicional de la invención es el uso de una composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú como se definió anteriormente para la producción de artículos moldeados, preferiblemente artículos moldeados por inyección.

La invención también divulga un artículo que comprende una composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú como se definió anteriormente. Con preferencia, el artículo ha sido producido por moldeo por inyección.

Con preferencia, los artículos producidos mediante moldeo por inyección de acuerdo con la invención muestran un módulo de tracción de al menos 1.100 MPa y una resistencia a la tracción de al menos 19 MPa.

Preferiblemente, dichos artículos se seleccionan entre la guarnición del automóvil, la guarnición interior del automóvil, el elemento estructural del automóvil.

Descripción detallada de la invención

En la presente solicitud, los términos "polipropileno" y "polímero de propileno" se pueden usar como sinónimos.

La expresión "% en peso" o "en peso" (porcentaje en peso), aquí y a lo largo de la descripción, a menos que se defina de otro modo, se refiere al peso relativo del componente respectivo con base en el peso total de la formulación.

Preparación del copolímero de propileno heterofásico

Los copolímeros de propileno heterofásicos comprenden una fase de polímero de propileno de matriz y una fase dispersa de un caucho. Con preferencia, el caucho es caucho de etileno propileno.

Los copolímeros de propileno heterofásicos de la presente invención como se definen anteriormente se producen por polimerización secuencial en una serie de reactor de polimerización en presencia de un sistema catalizador, en el que en una primera etapa de polimerización se produce el polímero de propileno, y en una segunda etapa de polimerización se produce mediante copolimerización de etileno y al menos una olefina adicional diferente de etileno. El sistema catalizador se agrega a la primera etapa de polimerización.

El sistema catalizador comprende un catalizador Ziegler-Natta. El término "catalizadores de Ziegler-Natta" se refiere a catalizadores de la fórmula general MX_n , en la que M es un compuesto de metal de transición seleccionado de los grupos IV a VII, en la que X es un halógeno, y en la que n es la valencia del metal. Preferiblemente, el metal es titanio, cromo o vanadio. Más preferiblemente, el metal es titanio.

El sistema catalizador de Ziegler-Natta de acuerdo con la invención comprende un compuesto de titanio que tiene al menos un enlace de titanio-halógeno y un donador de electrones interno, ambos en un soporte adecuado, un compuesto de organoaluminio y un donante externo opcional. Un soporte adecuado es, por ejemplo, un haluro de magnesio en una forma activa. Un donante externo (ED) adecuado es, por ejemplo, un ftalato o un succinato o un compuesto de diéter.

El compuesto de organoaluminio usado en el proceso de la presente invención es trietil aluminio (TEAL). Ventajosamente, el trietil aluminio tiene un contenido de hidruro, expresado como AlH_3 , de menos del 1,0 % en peso con respecto al trietil aluminio. Más preferiblemente, el contenido de hidruro es menos de 0,5 % en peso, y lo más preferiblemente el contenido de hidruro es menos de 0,1 % en peso. No se apartaría del alcance de la invención si el compuesto de organoaluminio contiene cantidades menores de otros compuestos de la familia de trialkilaluminio, tal como triisobutilaluminio, tri-n-butil aluminio, y compuestos alquil-aluminio lineales o cíclicos que contienen dos o más átomos de Al, siempre que muestren un comportamiento de polimerización comparable al de TEAL. En el proceso de la presente invención, la proporción molar Al/Ti no está particularmente especificada. Sin embargo, se prefiere que la proporción molar Al/Ti sea máximo 100.

Si está presente un donador externo, se prefiere que la proporción molar Al/ED, con ED que denote donador externo de electrones, sea como máximo 120, más preferiblemente esté en el intervalo de 5 a 120, y lo más preferiblemente en el intervalo de 10 a 80.

Antes de ser alimentado al reactor de polimerización, el sistema catalítico se somete preferiblemente a un paso de premezcla y/o prepolymerización. En el paso de premezcla, el trietil aluminio (TEAL) y el donador de electrones externo (ED) -si está presente- que se han contactado previamente, se mezclan con el catalizador Ziegler-Natta a una temperatura en el intervalo de 0 °C a 30 °C, preferiblemente en el intervalo de 5 °C a 20 °C, por hasta 15 min. La mezcla de TEAL, donante de electrones externo (si está presente) y catalizador de Ziegler-Natta se prepolymeriza con propileno a una temperatura en el intervalo de 10 °C a 100 °C, preferiblemente en el intervalo de 10 °C a 30 °C, durante 1 a 30 minutos, preferiblemente durante 2 a 20 minutos.

En la primera etapa, la polimerización de propileno y uno o más comonómeros opcionales se puede llevar a cabo, por ejemplo, en propileno líquido como medio de reacción (polimerización a granel). También se puede llevar a cabo en diluentes, tales como hidrocarburos que son inertes bajo condiciones de polimerización (polimerización en pasta). También se puede llevar a cabo en la fase gaseosa. Esos procesos son bien conocidos por un experto en la técnica.

Los diluentes que son adecuados para ser usados de acuerdo con la presente invención pueden comprender, pero no se limitan a, diluentes de hidrocarburo tales como solventes de hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos y aromáticos, o versiones halogenadas de dichos disolventes. Ejemplos ilustrativos no limitantes de solventes son butano, isobutano, pentano, hexano, heptano, ciclopentano, ciclohexano, cicloheptano, metil ciclopentano, metil ciclohexano, isooctano, benceno, tolueno, xileno, cloroformo, clorobencenos, tetracloroetileno, dicloroetano y tricloroetano.

Para la presente invención, los polímeros de propileno se producen preferiblemente por polimerización en propileno líquido a temperaturas en el intervalo de 20°C a 100°C. Preferiblemente, las temperaturas están en el intervalo de 60 °C a 80 °C. La presión puede ser atmosférica o más alta. Preferiblemente, la presión está entre 25 y 50 bares.

El hidrógeno se usa para controlar las longitudes de cadena de los polímeros de propileno. Para la producción de un polímero de propileno con mayor MFI, es decir, con un peso molecular promedio más bajo y cadenas de polímero más cortas, la concentración de hidrógeno en el medio de polimerización necesita aumentarse. Inversamente, la concentración de hidrógeno en el medio de polimerización tiene que reducirse para producir un polímero de propileno con MFI inferior, es decir, con un peso molecular promedio mayor y cadenas poliméricas más largas.

En una realización de la invención, la matriz de polímero de propileno comprende al menos dos fracciones de homopolímero de propileno de diferente índice de flujo en fundido, en las que la proporción del índice de flujo en fundido de la fracción con el índice de flujo en fundido más alto y el índice de flujo en fundido de la fracción con el índice de flujo en fundido más bajo está en el intervalo de 3 a 400. Dicho homopolímero de propileno bimodal se produce preferiblemente en una unidad de polimerización que tiene dos reactores de bucle en serie.

En tal disposición secuencial de reactores de polimerización, el homopolímero de propileno retirado de un reactor se transfiere al siguiente en la serie, donde se continúa la polimerización. Para producir fracciones de homopolímero de propileno de diferente índice, las condiciones de polimerización en los reactores de polimerización respectivos deben ser diferentes, por ejemplo, en que la concentración de hidrógeno en los reactores de polimerización es diferente.

El índice de flujo en fundido (MFI₂) del polímero de propileno producido en el segundo reactor se calcula usando:

$$\text{Log}(\text{MFI}_{\text{final}}) = w_1 \cdot \text{Log}(\text{MFI}_1) + w_2 \cdot \text{Log}(\text{MFI}_2)$$

en el que MFI_{final} es el índice de flujo en fundido del polímero de propileno total producido, MFI₁ y MFI₂ son el índice de flujo en fundido respectivo de las fracciones de polímeros de propileno producidas en el primer y el segundo reactores de bucle de polimerización, y w₁ y w₂ son las respectivas fracciones en peso de los polímeros de propileno producidos en el primer y en el segundo reactores de bucle de polimerización expresados en % en peso del polímero de propileno total producido en los dos reactores de bucle de polimerización. Estas fracciones de peso también se describen comúnmente como la contribución del ciclo respectivo.

El polímero de propileno de matriz, preferiblemente el homopolímero de propileno, se puede preparar, por ejemplo, en reactores de bucle o en un reactor de fase gaseosa. El polímero de propileno producido de esta manera, en una primera etapa de polimerización, se transfiere a una segunda etapa de polimerización, en uno o más reactores secundarios donde se añaden etileno y al menos una olefina adicional diferente de etileno para producir el caucho. Por ejemplo, la olefina adicional es polipropileno. Por lo tanto, el caucho producido es caucho de etileno propileno (EPR). Preferiblemente, este paso de polimerización se realiza en un reactor de fase gaseosa.

El copolímero de propileno puede prepararse usando un catalizador de morfología controlado que produce dominios esféricos de caucho dispersados en una matriz de polipropileno. La cantidad y las propiedades de los componentes están controlados por las condiciones del proceso.

El peso molecular promedio del caucho, para el cual la viscosidad intrínseca η_R es una medida, se controla mediante la adición de hidrógeno a los reactores de polimerización de la segunda etapa de polimerización. La cantidad de hidrógeno añadida es tal que el caucho tiene una viscosidad intrínseca de 2,0 dl/g, y de un máximo de 5,5 dl/g, medida en tetralina a 135 °C según ISO 1628.

La contribución de la segunda etapa de polimerización, es decir, el contenido de caucho del copolímero de propileno heterofásico es de 5 a 50 % en peso con relación al peso total del copolímero de propileno heterofásico.

Los copolímeros de propileno heterofásicos de acuerdo con la invención pueden contener aditivos tales como, a modo de ejemplo, antioxidantes, estabilizadores frente a la luz, captadores de ácidos, retardantes de llama,

lubricantes, aditivos antiestáticos, agentes de nucleación/clarificación, colorantes. Puede encontrarse una descripción general de tales aditivos en el Manual de Aditivos para Plásticos, ed. H. Zweifel, 5ª edición, 2001, Hanser Publishers.

Los antioxidantes usados en los copolímeros de propileno heterofásicos de la presente invención tienen preferiblemente propiedades de desvanecimiento antigás. Los antioxidantes preferidos se seleccionan del grupo que consiste en fosfitos, fenoles impedidos, estabilizadores de aminas impedidas e hidroxilaminas. Un ejemplo para una aditivación antioxidante adecuada es una mezcla de Irgafos 168 e Irganox 3.114. Alternativamente, también son adecuados los aditivos antioxidantes libres de fenol, tales como, por ejemplo, aquellos con base en estabilizadores de aminas impedidas, fosfitos, hidroxilaminas o cualquier combinación de estos. En general, los antioxidantes se añaden al homopolímero de propileno en una cantidad de 100 ppm a 2.000 ppm, dependiendo de la cantidad exacta de la naturaleza del antioxidante, las condiciones de procesamiento y otros factores.

Ejemplo de copolímeros de propileno heterofásicos adecuados se dan en la Tabla 1. Dichos copolímeros de propileno heterofásico tienen un índice de flujo en fundido típico superior a 15 g/10 min a 230 °C bajo una carga de 2,16 kg.

Después del último reactor de polimerización, los polímeros se recuperan como un polvo y luego pueden transformarse en pellas o granularse.

Preparación de la composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú

La composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú se prepara de acuerdo con la invención por extrusión, en una línea de composición por extrusión. La combinación se realiza en un extrusor de doble tornillo con un diámetro de tornillo de 26 mm y una proporción L/D = 44. Se añaden uno o más copolímeros de polipropileno heterofásico y el agente de acoplamiento a través de un primer puerto de alimentación. Las fibras de bambú, así como la carga inorgánica opcional se agregan a través de un segundo puerto de alimentación situado aguas abajo, en un punto donde el plástico ya se ha fundido. Esta disposición reduce la degradación al romper las fibras de bambú con los tornillos. El tiempo de presencia de las fibras de bambú en el extrusor es menor que el tiempo de presencia del copolímero de propileno heterofásico. La temperatura de extrusión fue de 200 °C y el rendimiento fue 25 kg/h.

La tecnología de composición de extrusión es bien conocida por los expertos en la técnica y no se describirá adicionalmente.

Procedimientos de prueba

El índice de flujo en fundido se midió de acuerdo con ISO 1133, condición L, usando un peso de 2,16 kg y una temperatura de 230 °C o 190 °C.

Un procedimiento estándar para medir solubles en xileno se divulga en ISO 16152 (equivalente a ASTM D5492-10).

Los solubles en xileno (XS) se determinaron como sigue: se pesaron entre 4,5 y 5,5 g de polímero de propileno en un matraz y se añadieron 300 ml de xileno. El xileno se calentó bajo agitación a reflujo durante 45 minutos. La agitación se continuó durante 15 minutos exactamente sin calentamiento. El matraz se colocó entonces en un baño termostatzado ajustado a 25 °C +/- 1 °C durante 1 hora. La solución se filtró a través de papel de filtro Whatman n° 4 y se recogieron exactamente 100 ml de solvente. El solvente se evaporó luego y el residuo se secó y pesó. El porcentaje de solubles en xileno ("XS") se calculó después de acuerdo con

$$XS \text{ (en \% en peso)} = (\text{Peso del residuo} / \text{Peso total inicial de PP}) * 300$$

todos los pesos en las mismas unidades, tal como, por ejemplo, en gramos.

Los insolubles en acetona se determinan como sigue: 100 ml del filtrado de la solución en xileno (véase más arriba) y 700 ml de acetona se agitan durante la noche a temperatura ambiente en un matraz sellado herméticamente, tiempo durante el cual se forma un precipitado. El precipitado se recoge en un filtro de malla de metal con un ancho de malla de 0,056 mm, se seca y se pesa. El porcentaje de insolubles en acetona ("Aclns") se calcula de acuerdo con:

$$Aclns \text{ (en \% en peso)} = (\text{Peso del residuo} / \text{Peso inicial de PP}) * 300$$

con todos los pesos en las mismas unidades, como por ejemplo en gramos.

La cantidad de caucho en el copolímero de propileno heterofásico o en el polímero resultante de la mezcla de polímeros, se determina como la fracción insoluble en acetona de la fracción soluble en xileno.

- 5 La viscosidad intrínseca del caucho se determina usando la fracción insoluble en acetona de la fracción soluble en xileno del copolímero de propileno heterofásico. La viscosidad intrínseca se determina en un viscosímetro capilar en tetralina a 135 °C.

El módulo de tracción se determinó de acuerdo con ISO 527-2.

- 10 El módulo de flexión se determinó de acuerdo con ISO 178.

Se determinó la Resistencia al Impacto Charpy (en entalla) a 23 °C o -20 °C de acuerdo con ISO 179.

- 15 La Resistencia al Impacto Izod (en entalla) a 23 °C se determinó de acuerdo con ISO 180.

La densidad del polipropileno o de la composición se determinó de acuerdo con ISO 1183.

Ejemplos

- 20 Las ventajas de las composiciones de polipropileno reforzado con fibras de bambú de la invención sobre las de la técnica anterior se muestran en los siguientes ejemplos.

- 25 Ejemplos de copolímeros de propileno heterofásicos adecuados para la invención, junto con sus propiedades se dan en la tabla 1.

Tabla 1

| | unidad | PPC1 | PPC2 | PPC3 | PPC4 |
|---|-------------------|-------|-------|--------------|-------|
| Índice de flujo en fundido (230 °C, 2.16 kg) | g/10 min | 18 | 25 | 50 | 70 |
| Módulo de tracción | MPa | 870 | 1.400 | 1.150 | 1.600 |
| Módulo de flexión | MPa | 880 | 1.300 | 1.100 | 1.500 |
| Densidad | g/cm ³ | 0,905 | 0,905 | 0,905 | 0,905 |
| Resistencia al impacto Izod (muescado) at 23 °C | kJ/m ² | >50 | 7 | 13,5 | 6,5 |
| Resistencia al impacto Charpy (muescado) at 23 °C | kJ/m ² | >50 | 8 | Sin medición | 6 |
| Contenido de caucho | % en peso | 25 | 13 | 19 | 15,5 |
| Viscosidad intrínseca del caucho | dl/g | | | | 3,7 |

- 30 Si se consideran mezclas, se puede mezclar copolímero de propileno heterofásico con un índice de flujo en fundido (230°C, 2,16 kg) por debajo de 15 g/10 minutos, por ejemplo con PPC4 para producir una mezcla de polímeros adecuada para la invención.

Las composiciones inventivas

- 35 En la invención a continuación, ejemplos E1 a E6, el agente de acoplamiento es polipropileno maleado (MAPP). Un ejemplo de polipropileno maleado disponible comercialmente es OREVAC® CA100 comercializado por Arkema. Tal polipropileno maleado muestra las siguientes propiedades:

- 40 - un índice de fusión (230 °C/0.225 kg) de 10 g/10 min medido de acuerdo con ISO 1133,
 - un punto de fusión de 167 °C medido de acuerdo con ISO 11357-3,
 - una densidad de 0,905 g/cm³ medida de acuerdo con ISO 1183, y
 - un módulo de flexión de 880 MPa medido de acuerdo con ISO 178.

- 45 E1 es una composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú de acuerdo con la invención que comprende 30 % en peso con respecto al peso total de la composición de polipropileno de fibras de bambú que muestra una longitud promedio de 1.000 µm con una densidad que varía de 0,6 a 1,4 g/cm³, se ha producido usando PPC4 como el copolímero de propileno heterofásico y MAPP como agente de acoplamiento.

E2 es una composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú de acuerdo con la invención que comprende

20 % en peso con respecto al peso total de la composición de polipropileno de fibras de bambú que muestra una longitud promedio de 3.000 μm con una densidad que varía de 0,6 a 1,4 g/cm^3 , que se ha producido usando PPC2 como el copolímero de propileno heterofásico y MAPP como agente de acoplamiento.

E3 es una composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú de acuerdo con la invención que comprende 10 % en peso con respecto al peso total de la composición de polipropileno de fibras de bambú que muestra una longitud promedio de 1.000 μm con una densidad que varía de 0,6 a 1,4 g/cm^3 , se ha producido usando PPC1 como el copolímero de propileno heterofásico y MAPP como agente de acoplamiento. La composición contiene 2,5 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de MAPP. El impacto Charpy en entalla a -20 °C de acuerdo con ISO 179 es de 4,4 kJ/m^2 .

E4 es una composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú de acuerdo con la invención que comprende 5 % en peso con respecto al peso total de la composición de polipropileno de fibras de bambú que muestra una longitud promedio de 1.000 μm con una densidad que varía de 0,6 a 1,4 g/cm^3 , que se ha producido usando PPC1 como el copolímero de propileno heterofásico y MAPP como agente de acoplamiento. La composición contiene 1,5 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de MAPP. En esta composición, las fibras de bambú no se han sometido a un paso de secado previo antes de ser introducidas en el extrusor. El impacto Charpy en entalla a -20 °C de acuerdo con ISO 179 es de 4,7 kJ/m^2 .

E5 es una composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú de acuerdo con la invención que comprende 5 % en peso con respecto al peso total de la composición de polipropileno de fibras de bambú que muestra una longitud promedio de 1.000 μm con una densidad que varía de 0,6 a 1,4 g/cm^3 , que ha producido usando PPC1 como el copolímero de propileno heterofásico y MAPP como agente de acoplamiento. La composición contiene 1,5 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de MAPP. El impacto Charpy en entalla a -20 °C de acuerdo con ISO 179 es de 4,9 kJ/m^2 .

E6 es una composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú de acuerdo con la invención que comprende 5 % en peso con respecto al peso total de la composición de polipropileno de fibras de bambú que muestra una longitud promedio de 1.000 μm con una densidad que varía de 0,6 a 1,4 g/cm^3 , que se ha producido usando PPC3 como el copolímero de propileno heterofásico y MAPP como agente de acoplamiento. La composición contiene 1,5 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de MAPP. El impacto Charpy en entalla a -20 °C de acuerdo con ISO 179 es 3,6 kJ/m^2 .

C1 es un ejemplo comparativo de resina de inyección de polipropileno reforzada con fibras de bambú que comprende 30 % en peso de fibras de bambú. Dicha resina se comercializa como HU 30BF4 por Eurostar Engineering Plastics.

C2 es un ejemplo comparativo de una composición de propileno reforzada con talco. Para E5, las fibras de bambú se han sometido a un paso de secado previo a 80 °C antes de ser introducidas en la extrusora, lo que no fue el caso para E3, E4 y E6. Sin paso de secado previo, las fibras mostraron un contenido de agua de 9,78 % en peso. Después de someterse al paso de secado previo, las fibras mostraron un contenido de agua de 2,05 % en peso.

Sus propiedades se informan en la tabla 2.

Tabla 2

| | unidad | E 1 | E2 | E3 | E4 | E5 | E6 | C1 | C2 |
|--|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------------|--------------|
| Contenido de fibras de bambú | % en peso | 30 | 20 | 10 | 5 | 5 | 5 | 30 | - |
| Longitud promedio de fibras de bambú | μm | 1.000 | 3.000 | 1.000 | 1.000 | 1.000 | 1.000 | desconocido | - |
| Contenido de carga inorgánica | % en | - | - | - | - | - | - | - | 20 |
| Índice de flujo en fundido (190 °C, 2.16 kg) | g/10 min | 17,5 | 7,0 | 5,5 | 6,3 | 6,5 | 8,5 | Sin medición | Sin medición |

| | | | | | | | | | |
|--|-------------------|-------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Índice de flujo en fundido (230 °C, 2.16 kg) | g/10 min | 30 | Sin medición | 13,2 | 15,5 | 16,4 | 24 | 6,7 | 13 |
| Densidad | g/cm ³ | 1,00 | 0,985 | 0,912 | 0,906 | 0,907 | 0,906 | 1,00 | 1,04 |
| Módulo de flexión | MPa | 3.500 | 2.546 | 1.336 | 1.128 | 1.149 | 1.220 | 3.000 | 2.500 |
| impacto Charpy en entalla a 23 °C | KJ/m ² | 3 | 4,3 | 17,5 | 23,6 | 23,3 | 10,1 | 3,6 | 4,5 |

De la tabla 2 se puede apreciar que, para una densidad similar y un contenido de peso similar de fibras de bambú, la composición E1 de la invención muestra mejoras en el índice de flujo en fundido y en el módulo de flexión en comparación con C1.

5 Las otras composiciones de la invención E2 a E6 tienen un contenido de peso de fibras de bambú inferior a C1. E2 a E6 muestran una mejora de la densidad, por lo tanto, un peso reducido.

10 E2 muestra una clara mejora en la capacidad de procesamiento (mayor índice de flujo en fundido) y en las propiedades de impacto en comparación con C1. Cuando se compara con C2, la composición de la invención E2 muestra una clara mejora con respecto a la densidad.

15 Cuando las composiciones inventivas comprenden desde más de 17 al 40 % en peso, preferiblemente 18 al 40 % en peso, de fibras de bambú, se puede lograr un índice de flujo mejorado de al menos 7 g/10 min (medido a 190 °C bajo una carga de 2,16 kg) o al menos 15 g/10 min (medido a 230 °C bajo una carga de 2,16 kg). El módulo de flexión (rigidez) de las composiciones es al menos 2.500 MPa.

20 Se logran mejores resultados con respecto a la densidad para las composiciones de la invención que comprenden de 2 a 17 % en peso de fibras de bambú, es decir, E3 a E6, en comparación con C1 y C2. La mejora en la capacidad de procesamiento (índice de flujo en fundido) se logra en particular con respecto a C1, mientras que se mantiene una rigidez aceptable. También se puede notar la mejora en las propiedades de impacto. Para las composiciones de la invención que comprenden de 2 a 17 % en peso de fibras de bambú, la muesca Charpy (a 23°C) es al menos 8 kJ/m², preferiblemente al menos 10 kJ/m². Para las composiciones de la invención que comprenden de 2 a 17 % en peso de fibras de bambú, la muesca Charpy (a -20°C) es al menos de 3,5 kJ/m², preferiblemente al menos de 4 kJ/m². El módulo de flexión (rigidez) de las composiciones es de al menos 1.100 MPa

La comparación entre E4 y E5 muestra que, de acuerdo con la invención, el paso de secado previo de las fibras de bambú antes de ser introducidas en la extrusora puede ser opcional.

30 Moldeo por inyección

Después de extruirse, las composiciones de la invención E3 a E6 se han secado durante 16 horas a 60 °C antes de inyectarse a 200 °C. Con preferencia, la temperatura de inyección es como máximo de 200 °C para evitar la quema de las fibras de bambú.

35 La determinación de las propiedades de tracción de los productos inyectados se ha realizado de acuerdo con ISO 527-2 (2012)?. La longitud de la muestra fue de 50 mm. Los resultados se informan en la tabla 3.

40

Tabla 3

| | unidad | E1 | E3 | E4 | E5 | E6 |
|--|--------|--------------|-------|-------|-------|-------|
| Módulo de tracción | MPa | 3.300 | 1.356 | 1.110 | 1.134 | 1.306 |
| Resistencia a la tracción en el rendimiento (Rm) | MPa | 34 | 20,71 | 19,36 | 19,42 | 22,27 |
| Elongación en el rendimiento | % | Sin medición | 4,53 | 5,03 | 4,83 | 4,03 |
| Tracción de tracción en el rompimiento (FR) | MPa | 34 | 19,07 | 17,16 | 17,18 | 20,03 |

- 5 A partir de los ejemplos anteriores, se puede ver que los artículos producidos por moldeo por inyección, a partir de composiciones inventivas que comprenden de 2 a 17 % en peso de fibras de bambú, muestran un módulo de tracción de al menos 1.100 MPa y una resistencia a la tracción de al menos 19 MPa. La elongación en la resistencia a la tracción es al menos del 4 %. Mientras que los artículos producidos mediante moldeo por inyección, a partir de composiciones inventivas que comprenden desde más del 17 % en peso hasta el 40 % en peso, preferiblemente del 18 al 40 % en peso, de fibras de bambú, muestran un módulo de tracción de al menos 2.500 MPa, preferiblemente al menos 3.000 MPa y una resistencia a la tracción de al menos 20 MPa, preferiblemente al menos 30 MPa.
- 10 Las propiedades mecánicas de los artículos producidos de composiciones inventivas que comprenden de 2 a 17 % en peso de fibras de bambú, por ejemplo E3 y E4, permiten que dichos artículos se usen en la industria del automóvil como guarnición, en particular como guarniciones interiores de automóviles que requieren un comportamiento de alto impacto.
- 15 Las propiedades mecánicas de artículos producidos a partir de composiciones inventivas que comprenden desde más de 17 % en peso a 40 % en peso, preferiblemente 18 a 40 % en peso de fibras de bambú, por ejemplo E1, permiten que dichos artículos sean usados en la industria automotriz como elementos estructurales que requieren alta rigidez.

REIVINDICACIONES

1. Composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú **caracterizada porque** la composición comprende:

- a) al menos 50 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de un copolímero de propileno heterofásico;
- b) de 2 a 40 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de las fibras de bambú;
- c) de 0,1 a 10 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de un agente de acoplamiento;
- d) de 0 a 30 % en peso con relación al peso total de la composición de polipropileno de una carga inorgánica;

dicha composición muestra las siguientes propiedades:

- el índice de flujo en fundido es al menos 5 g/10 min a 190 °C bajo una carga de 2,16 kg de acuerdo con ISO 1133, condición L;
- la densidad está en el intervalo de 0,900 y 1,010 g/cm³ de acuerdo con ISO 1183;
- el módulo de flexión está en el intervalo de 1.100 MPa y 4.000 MPa de acuerdo con ISO 178.

2. Composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada porque** la resistencia al impacto de Charpy en entalla a 23°C de acuerdo con ISO 179 es de al menos 3 kJ/m², preferiblemente la composición comprende de 2 a 17 % en peso de fibras de bambú y la resistencia al impacto Charpy en entalla a 23 °C de acuerdo con ISO 179, es al menos 8 kJ/m².

3. Composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada porque** la resistencia al impacto Charpy en entalla a -20°C de acuerdo con ISO 179, es al menos 3,5 kJ/m².

4. Composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada porque** el índice de fluidez de la composición medido a 190°C bajo una carga de 2,16 kg de acuerdo con ISO 1133, condición L, es al menos 6 g/10. min, preferiblemente al menos 7 g/10 min.

5. Composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, en la que el copolímero de propileno heterofásico comprende un polipropileno en una fase de matriz y un caucho en una fase dispersa; **caracterizada porque**:

- el polipropileno en la fase de matriz comprende propileno y como máximo 1 % en peso, con relación al peso total de dicha composición de polipropileno, de uno o más comonomeros seleccionados del grupo que consiste en etileno y alfa-olefinas C₄-C₁₀;
- el caucho en la fase dispersa asciende desde al menos 5 % en peso hasta como máximo 30 % en peso con relación al peso total del copolímero de propileno heterofásico.

6. Composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú de acuerdo con la reivindicación 1 a 5, **caracterizada porque** el copolímero de propileno heterofásico muestra las siguientes propiedades:

- i. un índice de flujo en fundido medido a 230 °C bajo una carga de 2,16 kg de acuerdo con ISO 1133, condición L, de al menos 15 g/10 min;
- ii. un módulo de flexión de al menos 850 MPa y como máximo 1.800 MPa;
- iii. una densidad de al menos 0,890 g/cm³.

7. Composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizada porque** la longitud promedio de las fibras de bambú es como máximo de 1.500 µm, preferiblemente máximo 1.300 µm.

8. Composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizada porque** la composición comprende de 2 a 17 % en peso de fibras de bambú o de más de 17 % a 40 % en peso, preferiblemente 18 a 40 % en peso de fibras de bambú. .

9. Composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizada porque** el agente de acoplamiento es polipropileno maleado (MAPP), preferiblemente el contenido de anhídrido maleico (MAH) es al menos 1 % en peso con respecto al peso total de MAPP, preferiblemente, el contenido de MAH varía de 1 a 5 % en peso con relación al peso total de la MAPP.

10. Composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú de acuerdo con la reivindicación 1 a 9, **caracterizada porque** la composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú comprende:

- al menos 0,1 % en peso con relación al peso total de la composición de un agente de acoplamiento, y/o máximo 6 % en peso con relación al peso total de la composición de un agente de acoplamiento, y/o

- de 1 a 30 % en peso con relación al peso total de la composición de una carga inorgánica.

11. Un procedimiento para preparar una composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, que comprende los pasos de:

- 5
- introducir el copolímero de polipropileno heterofásico y el agente de acoplamiento en un extrusor a través de un primer puerto de alimentación para formar una mezcla;
 - mezclar la mezcla a un estado fundido;
 - amasar la mezcla fundida con fibras de bambú y opcionalmente carga inorgánica, las fibras de bambú y la carga orgánica opcional se introducen en el extrusor a través de un segundo puerto de alimentación situado corriente
- 10
- abajo del primer puerto de alimentación.

12. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, **caracterizado porque** las fibras de bambú se introducen en el extrusor en un estado sin secado previo.

13. Uso de una composición de polipropileno reforzada con fibras de bambú de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 para la producción de artículos moldeados, preferiblemente artículos moldeados por inyección.

14. Artículo que comprende una composición de polipropileno reforzado con fibras de bambú de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, preferiblemente el artículo ha sido producido mediante moldeo por inyección.

15. Artículo de acuerdo con la reivindicación 14, **caracterizado porque** el artículo es una guarnición de automóvil, una guarnición interior de automóvil o un elemento estructural de automóvil.