

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 699 023**

51 Int. Cl.:

C08L 23/06 (2006.01)

C08L 23/26 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.12.2015 E 15813427 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.09.2018 EP 3237533**

54 Título: **Composición basada en polietileno reciclado a partir de desechos de cable**

30 Prioridad:

22.12.2014 EP 14199529

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

06.02.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**EK, CARL-GUSTAF;
WANNERSKOG, ÅSA;
RIEDER, STEFAN y
RUEMER, FRANZ**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 699 023 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

Composición basada en polietileno reciclado a partir de desechos de cable

5 La presente invención se refiere a una nueva composición de polietileno que comprende al menos un polietileno obtenido a partir de material de desecho reciclado. Además, la presente invención se refiere a un proceso para producir dicha composición de polietileno y al uso de dicha composición en infraestructura, aplicaciones de ingeniería y aplicaciones de envasado.

10 Para los propósitos de la presente descripción y de las reivindicaciones subsiguientes, el término "residuos reciclados" se utiliza para indicar el material recuperado tanto de desechos después del uso por el consumidor como de desechos industriales. Específicamente, los desechos después del uso por el consumidor se refieren a objetos que han completado al menos un primer ciclo de uso (o ciclo de vida), es decir, que ya han cumplido su primer propósito; mientras que los residuos industriales se refieren a la chatarra de fabricación que normalmente no llegan a un consumidor. Respectivamente, el término "virgen" denota los materiales y/o objetos recién producidos antes del primer uso y que no son reciclados.

15 Hoy en día, el intento de utilizar polímeros obtenidos a partir de materiales de desecho para la fabricación de nuevos productos es de interés e importancia cada vez mayor por razones ecológicas y para reducir los costes.

En el campo de los cables, ya se han realizado algunos esfuerzos para utilizar materiales poliméricos reciclados procedentes de residuos de cables, en particular de polietileno o cloruro de polivinilo obtenidos de los forros de los cables de desecho. Los materiales poliméricos reciclados se usan generalmente para fabricar capas de recubrimiento de cable.

20 Un ejemplo de uno de esos esfuerzos es el documento JP2002/080671 que divulga una composición de plástico reciclado a base de cloruro de polivinilo obtenida mezclando y fundiendo los plásticos y forros de recubrimiento de los cables residuales que contienen: (A) cloruro de polivinilo y (B) polietileno o polietileno reticulado con silano, con polietileno clorado. Se dice que la resina a base de cloruro de polivinilo mencionada anteriormente es útil para fabricar forros de cables.

25 El documento JP2013045643 se refiere a alambres y cables eléctricos aislados que utilizan una gran cantidad de material reciclado derivado de residuos que contiene homopolímero de poliolefina reticulado.

La fracción reciclada que contiene el material reticulado tiene un contenido de gel de 40% o menos y el material reciclado está presente en una cantidad de 75% en peso o más con respecto a la composición total.

30 El documento CN 102898768 divulga una composición de TPE retardante de la flama hecha de residuos de cable de polietileno reticulado. La cantidad de residuos de cable reticulado es de 40% o menos y contiene además del copolímero de bloques de SBS (parte principal), retardadores de la flama de fosfato, un aceite de extensión, agentes de unión de silano y una cantidad muy baja de otros adyuvantes. El TPE preparado se provee con un buen retardador de la flama y otras características funcionales con respecto a los estándares.

35 Sin embargo, el uso de un polímero reciclado como se ha descrito anteriormente en la técnica anterior muestra algunos inconvenientes. En particular, el experto en la técnica supone que el uso de residuos reciclados que contienen una fracción de polietileno reticulado (denominada "PEX"), puede dar lugar a malas propiedades mecánicas en comparación con aquellas obtenidas a partir de materiales de polietileno vírgenes. La razón de esta presunción es el concepto de que las fracciones reticuladas estarían actuando como un relleno con poca compatibilidad o adhesión a las partes termoplásticas del compuesto. La parte más débil del compuesto es entonces la interfaz entre las partículas reticuladas y la matriz termoplástica, por lo tanto, la interfaz actuará como un activador de la iniciación y propagación de manchas y grietas. Las propiedades mecánicas se vuelven particularmente peores cuando llegan a estar en juego altas tensiones, alta velocidad (impacto), gran alargamiento y temperaturas elevadas. Además, es difícil utilizar un material de desecho reciclado con alto contenido de reticulación y/o tener partículas grandes, especialmente con métodos convencionales de procesamiento por fusión debido a una velocidad de procesamiento más baja y a costes más elevados.

40 Por consiguiente, debido a razones de coste, las propiedades mecánicas pobres, así como las propiedades de procesamiento inferiores, las corrientes de desecho que contienen poliolefina reticulada, especialmente polietileno reticulado (PEX), se usan con mayor frecuencia para la recuperación de energía (por ejemplo incineración en una planta de calefacción urbana o para la generación de calor en la industria del cemento), pero menos reciclado en nuevos productos.

55 Por lo tanto, todavía existe la necesidad de desarrollar métodos para aumentar el uso de material reciclado en productos (de mayor valor). Adicionalmente, existe una necesidad de materiales poliméricos mejorados que contengan polietileno reticulado obtenido a partir de desechos reciclados. Estos materiales mejorados podrían utilizarse ventajosamente en un campo de aplicación más amplio que el actual. Por lo tanto, el objetivo de la presente invención es superar o al menos reducir los inconvenientes anteriormente mencionados y satisfacer los requisitos para productos de mayor valor, es decir, ampliar el uso en aplicaciones existentes y nuevas.

Este objetivo se ha alcanzado proporcionando una composición de polietileno caracterizada porque comprende una resina base y un rellenedor mineral inorgánico que está presente en la composición en una cantidad de 1 a 50% en peso con respecto al peso de la composición, en donde la resina base comprende:

5 (a) un primer polietileno reticulado (PEX) que tiene un contenido en gel (medido según ASTM D 2765:2006) en el intervalo de 5% a 80% con respecto al peso del polietileno reticulado (PEX), obteniéndose el polietileno reticulado (PEX) a partir de residuos reciclados, y

(b) un segundo polietileno (PE) seleccionado de polietileno virgen y polietileno reciclado, o mezclas de los mismos.

10 Se ha encontrado sorprendentemente que la composición de polietileno de acuerdo con la invención tiene un equilibrio mejorado entre la rigidez, como se muestra por su módulo de flexión, y una buena ductilidad en términos del alargamiento en la ruptura así como la tensión en la ruptura. Además, la composición muestra un funcionamiento contra el impacto sorprendentemente bueno. La composición en la presente invención muestra propiedades mecánicas que al menos han reducido la distancia con las propiedades del polietileno virgen. Una ventaja adicional es que la huella de carbono de los artículos que se fabrican a partir de PEX reciclado es menor en comparación con los productos hechos de productos vírgenes.

15 El término "resina base" denota la totalidad de componentes poliméricos en la composición de polietileno de acuerdo con la invención. Opcionalmente, la resina base puede comprender componentes poliméricos adicionales. Preferiblemente, la resina base consiste del primer polietileno reticulado (PEX) y el segundo polietileno (PE).

20 El término "reticulado" en "polietileno reticulado (PEX)" se puede describir y medir por su contenido de gel. Debe tenerse en cuenta que el polietileno reticulado (PEX) en la presente invención puede referirse a una composición de polietileno que comprende una fracción (A1) de polietileno totalmente reticulado y una fracción de polietileno termoplástico no reticulado (A2). El polietileno A1 totalmente reticulado tiene generalmente un contenido de gel en el intervalo de 50% a 80%, preferiblemente en el intervalo de 55% a 70%, basado en el peso de la fracción A1. El contenido de gel del polietileno reticulado (componente A) está generalmente en el intervalo de 5% a 80%, preferiblemente en el intervalo de 20% a 65%, más preferiblemente en el intervalo de 40% a 60% mientras se mide con respecto al peso total de PEX. Generalmente, la fracción A1 tiene un porcentaje en peso entre 20% y 100%, adecuadamente entre 25% y 90%, más adecuadamente entre 30% y 80%, basado en la suma de peso de A1 y A2.

30 Es la esencia de la presente invención que el PEX sea obtenido a partir de residuos reciclados. El PEX puede ser ya sea de desechos después del uso por el consumidor, de residuos PEX industriales del proceso de fabricación de cables o, alternativamente, de una combinación de ambos. Preferiblemente, el PEX en la presente invención se obtiene a partir de residuos reciclados por medio de procesos de reciclado de plástico conocidos en la técnica. Por ejemplo, el producto puede obtenerse por medio de un proceso de reciclado denominado "PlastSep", que originalmente fue desarrollado por una empresa del grupo NKT y descrito en el documento de referencia "New Technology" for Recycling of Plastics from Cable Waste", documento presentado en la 8/a. Conferencia Internacional sobre cables eléctricos aislados, Versailles, 19-23 de junio del 2012, por Annika Boss et al. Más preferiblemente, el PEX obtenido a partir de este tipo de proceso está generalmente en la forma de gránulos con un diámetro de menos de 1 mm.

40 Es esencial en la invención que el segundo polietileno (PE) sea un polietileno termoplástico no reticulado, lo que permite una buena procesabilidad y buenos resultados de mezclado con el polietileno reticulado (PEX). El segundo polietileno puede seleccionarse entre polietileno virgen, polietileno termoplástico reciclado o una mezcla de los mismos.

El rellenedor inorgánico es una parte esencial de la composición según la invención. Generalmente se añaden rellenedores para mejorar las propiedades mecánicas, en particular el módulo E.

Además de la resina base y el rellenedor inorgánico, pueden estar presentes en la composición de polietileno de acuerdo con la invención los aditivos habituales para su utilización con poliolefinas.

45 Los ejemplos de aditivos para uso en la composición son pigmentos o colorantes (por ejemplo negro de carbón), estabilizadores (agentes antioxidantes), antiácidos y/o anti-UV, agentes antiestáticos y agentes de utilización (tales como agentes adyuvantes de procesamiento). En general, la cantidad de estos aditivos está en el intervalo de 0-8% en peso, preferiblemente en el intervalo de 0-5% en peso, más preferiblemente en el intervalo de 0.01 a 3% en peso, basado en el peso de la composición total.

50 A continuación se describe la presente invención con más detalle.

En una realización preferida de la presente invención, la relación en peso de PEX con respecto a PE en la resina base está en el intervalo de más de 10:90 a 90:10, preferiblemente en el intervalo de 10:90 a 70:30, más preferiblemente en el intervalo de 10:90 a 50:50.

55 En una realización preferida de la presente invención, el polietileno reticulado (PEX) se obtiene a partir del material reciclado de los residuos de cables eléctricos. Más preferiblemente, el PEX se obtiene a partir de materiales reciclados

del residuo de cable de alimentación de alta tensión (HV) y de media tensión (MV).

5 Ya se sabe que los residuos de cables eléctricos son principalmente una mezcla de diversas composiciones que incluyen composiciones a base de PE o PEX y composiciones a base de PVC. Por lo tanto, después de la etapa de separación en el proceso de reciclado, un cierto nivel de contaminación causado por el PVC está probablemente presente en el PEX reciclado. Esta contaminación conduce a un mayor contenido de cloro en el PEX reciclado, en comparación con el contenido de cloro normal en el polietileno virgen, especialmente el nivel de cloro en el PE polimerizado a baja presión como el LLDPE, MDPE y HDPE, en donde el nivel de cloro es debido a los residuos del catalizador restantes.

10 Por razones similares, también los contaminantes del conductor del cable (aluminio o cobre) están generalmente presentes en el PEX reciclado.

Por lo tanto, en una realización preferida adicional de la presente invención, el polietileno reticulado (PEX) tiene un contenido de cloro en el intervalo de 100 a 5000 ppm, preferiblemente de 200 a 4000 ppm, más preferiblemente de 300 a 2000, medido con análisis de fluorescencia de rayos X (XRF).

15 Adicionalmente, se prefiere que el polietileno reticulado (PEX) tenga un contenido de cobre en el intervalo de 20-500 ppm, más preferiblemente en el intervalo de 30 a 250 ppm, y/o un contenido de aluminio en el intervalo de 500-15000 ppm, más preferiblemente en el intervalo de 1000-10000 ppm, medido con análisis de fluorescencia de rayos X (XRF).

20 Se prefiere particularmente que el segundo polietileno (PE) en la presente invención sea seleccionado entre el polietileno de alta densidad virgen (vHDPE), el polietileno de densidad media virgen (vMDPE), el polietileno de alta densidad reciclado (rHDPE), el polietileno de densidad media reciclado (rMDPE) y sus mezclas. El mayor porcentaje en peso de PE de alta densidad con respecto a la resina base total se prefiere cuando se desea una mayor rigidez del material. Preferiblemente, cuando el PE se selecciona de PE virgen, tiene una densidad igual o superior a 0.925 g/cm³, más preferiblemente igual o superior a 0.945 g/cm³; cuando PE se selecciona de PE reciclado, comprende más del 80%, preferiblemente más del 90% de polietileno que tiene una densidad no inferior a 0.925 g/cm³, más preferiblemente no inferior a 0.945 g/cm³.

25 En la composición de acuerdo con la presente invención, preferiblemente un rellenedor mineral inorgánico está presente en una cantidad de al menos 1% en peso, más preferiblemente al menos 5% en peso, aún más preferiblemente al menos 8% en peso, aún más preferiblemente al menos 10% en peso y todavía aún más preferiblemente al menos 12 % en peso. Además, en la composición, el rellenedor inorgánico está presente en una cantidad como máximo de 50% en peso, más preferiblemente como máximo de 45% en peso, todavía más preferiblemente como máximo 40% en peso. Generalmente, en la composición de acuerdo con la presente invención, el rellenedor mineral inorgánico preferente está presente en un intervalo de 1-50% en peso, preferiblemente 5-45% en peso, más preferiblemente 8-42% en peso, aún más preferiblemente 10-40% en peso. El rellenedor de la composición de acuerdo con la invención puede comprender todos los materiales rellenedores inorgánicos como se conocen en la técnica. El rellenedor también puede comprender una mezcla de cualquiera de tales materiales de relleno. Los ejemplos de tales materiales rellenedores son óxidos, hidróxidos y carbonatos de aluminio, magnesio, calcio y/o bario. Preferiblemente, el rellenedor comprende un compuesto inorgánico de un metal de los grupos 1 a 13, más preferiblemente de los grupos 1 a 3, aún más preferiblemente de los grupos 1 y 2 y todavía aún más preferiblemente del grupo 2 de la Tabla Periódica de los Elementos. La numeración de los grupos químicos, tal como se utiliza aquí, está de acuerdo con el sistema IUPAC en el cual los grupos del sistema periódico de los elementos están numerados de 1 a 18. Preferiblemente, el rellenedor inorgánico comprende un compuesto seleccionado de los carbonatos, óxidos y sulfatos. Los ejemplos preferidos de tales compuestos son el carbonato de calcio, talco, óxido de magnesio, huntita Mg₃Ca(CO₃), y silicato de magnesio hidratado, y caolín ("arcilla de China"), con los ejemplos particularmente preferidos que son el carbonato de calcio, óxido de magnesio, silicato de magnesio hidratado, y caolín ("arcilla de China").

45 Se prefiere adicionalmente que el rellenedor inorgánico tenga un tamaño de partícula promedio en peso, D50, de 25 micrómetros o menos, más preferiblemente de 15 micrómetros o menos. Preferiblemente, sólo 2% en peso del rellenedor tiene un tamaño de partícula de 40 micrómetros o superior, más preferiblemente sólo 2% en peso del rellenedor tiene un tamaño de partícula de 30 micrómetros o más.

50 En una realización preferida en la cual se utiliza CaCO₃ como el rellenedor, preferiblemente las partículas tienen un tamaño promedio de partícula D50 de 6 micrómetros o menos, más preferiblemente de 4 micrómetros o menos. El porcentaje en peso del rellenedor en la composición total se prefiere que esté en el intervalo de 20-45%. En la realización, preferiblemente sólo el 2% en peso tiene un tamaño de partícula de 8 micrómetros o más, más preferiblemente de 7 micrometros o más.

En otra realización preferida en la cual se usa talco como rellenedor, el porcentaje en peso del rellenedor en la composición total se prefiere que esté en el intervalo de 5-30%.

55 En general, la pureza del rellenedor es del 94% o más, preferiblemente es del 95% o más y más preferiblemente es del 97% o más.

El rellenedor inorgánico puede comprender un rellenedor que ha sido tratado superficialmente con un organosilano,

un polímero, un ácido carboxílico o una sal, etc. para ayudar al procesamiento y proporcionar una mejor dispersión del relleno en el polímero orgánico. Tales revestimientos usualmente no constituyen más del 3% en peso del relleno.

De acuerdo con esto, la composición de polietileno de la presente invención tiene generalmente un contenido de gel en el intervalo de 5-50% en peso, preferiblemente 7-40% en peso, más preferiblemente 10-40% en peso con respecto al peso de la resina base medida según ASTM D 2765:2006.

La composición de acuerdo con la invención tiene un buen equilibrio de rigidez y ductilidad en comparación con los materiales de la técnica anterior. Debe observarse que la composición de la presente invención no se caracteriza por ninguna de las características de las propiedades mecánicas definidas, sino por su combinación. Mediante esta combinación de características, la misma se puede utilizar ventajosamente en muchos campos de aplicación.

Por consiguiente, la composición de polietileno se caracteriza, por lo tanto, porque tiene un módulo de flexión determinado de acuerdo con ISO 178 de más de 840 MPa, preferiblemente más de 1000 MPa, más preferiblemente más de 1100 MPa y más de 1200 MPa.

Además, la composición de acuerdo con la presente invención se caracteriza además porque tiene un alargamiento en la ruptura determinado de acuerdo con ISO 527-2 de más del 2%, preferiblemente de más del 3%, más preferiblemente de más del 4%, más preferiblemente de más del 5%.

Adicionalmente, la composición de la presente invención tiene preferiblemente una resistencia a la tracción en la ruptura determinada de acuerdo con ISO 527-2 de más de 13 MPa, preferiblemente de más de 14 MPa, más preferiblemente de más de 15 MPa, todavía más preferiblemente de más de 16 MPa.

Todavía adicionalmente, la composición de la presente invención tiene preferiblemente un límite de deformación elástica determinado de acuerdo con ISO 527-2 de más de 15 MPa, preferiblemente de más de 17 MPa, más preferiblemente de más de 19 MPa, todavía más preferiblemente de más de 20 MPa.

Otra realización de la presente invención se refiere a un proceso para producir la composición de polietileno que comprende las etapas de

a) introducir los ingredientes en la tolva de entrada de una unidad de mezclado;

b) mezclar los ingredientes cuyo mezclado se lleva a cabo homogeneizando los ingredientes alimentados en la entrada y elevando la temperatura por encima del punto de fusión del ingrediente polimérico termoplástico principal, obteniéndose un compuesto mezclado;

c) enfriar de manera gradual opcionalmente el compuesto mezclado y llevar a cabo la peletización.

Opcionalmente, antes de la etapa de homogeneización del material fundido se puede aplicar una etapa adicional de mezclado en seco de todos los componentes.

Típicamente, la temperatura de fusión a la salida de la unidad de mezclado es de aproximadamente 180-220 °C para compuestos de polietileno con el fin de crear un efecto de mezclado suficiente. Sin embargo, la temperatura de fusión a la salida de la unidad de homogeneización podría ser ya sea mayor y menor dependiendo de las necesidades. Particularmente para los compuestos que son difíciles de dispersar y homogeneizar, la temperatura de salida puede ser tan alta como 300°C. Para compuestos menos exigentes y compuestos que son sensibles al calor y/o cuando los costes energéticos son de importancia clave, la homogeneización tendría lugar por debajo de aproximadamente 180°C e inferior, por ejemplo a 170°C o 160°C o incluso más baja. Particularmente para el material reciclado con ingredientes adicionales, a menudo contaminantes, el objetivo sería realizar la etapa de mezclado con una temperatura de fusión tan baja como sea posible para mantener bajo el coste del producto, aumentar el esfuerzo de sostenibilidad y minimizar el olor y aroma adicionales que a menudo son generados con compuestos que contienen materiales reciclados a altas temperaturas, por ejemplo de los ingredientes contaminantes en el material reciclado.

Preferiblemente, en la etapa de homogeneización en estado fundido, el PEX, el PE y el relleno inorgánico y, opcionalmente, otros aditivos u otros componentes poliméricos pueden añadirse a la tolva de entrada de una unidad de mezclado. La unidad de mezclado también podría estar equipada con más de una entrada, por ejemplo, dos entradas, y por ejemplo la totalidad de los ingredientes poliméricos, opcionalmente con aditivos/antioxidantes, podrían ser alimentados en la primera entrada y el relleno alimentado en la segunda entrada más abajo de la unidad. Alternativamente, por ejemplo todos los polímeros opcionalmente con aditivos/antioxidantes podrían ser alimentados en la primera entrada incluyendo parte de la porción del relleno y la parte restante del relleno que va a ser alimentada a la segunda entrada más abajo de la unidad.

La unidad de mezclado podría ser cualquier unidad de mezclado o extrusión usada convencionalmente, preferiblemente un extrusor de dobles tornillos co-rotatorios o contra-rotatorios, o un mezclador interno tal como un mezclador del tipo de Banbury o un extrusor de un solo tornillo tal como un co-amasador de Buss o un extrusor convencional de un solo tornillo. También se pueden usar mezcladores estáticos tales como Kenics, Koch, etc., además de las unidades de mezclado o extrusión mencionadas para mejorar la distribución del relleno en la matriz

polimérica.

5 De manera más preferible y especial para materiales reciclados, el extrusor o unidad de mezclado está equipada con una o más unidades de desgasificación al vacío a lo largo del tornillo o tornillos, con o sin las unidades de extracción de aguas residuales. La función de una unidad de extracción de agua es añadir pequeñas cantidades de agua en el material fundido inicial de una sección de mezclado y de una sección de descompresión y de una sección de desgasificación al vacío. Lo que resulta de esto es que se reduce el olor y el aroma, así como se reduce la cantidad de sustancias volátiles en el compuesto final.

10 Además, la presente invención está relacionada con el uso de una composición de polietileno como se ha descrito anteriormente para reducir la huella de carbono de los artículos que son originadores del PEX. Esto es especialmente ventajoso en el campo de la infraestructura, aplicaciones de ingeniería y envasado.

Todavía adicionalmente, la presente invención se refiere al uso de la composición de polietileno de acuerdo con la invención para reducir la huella de carbono en la producción de tuberías y cables, elementos de tráfico y construcción, así como materiales de envasado.

15 Preferiblemente, la presente invención está relacionada con el uso de la composición de polietileno de acuerdo con la invención para reducir la huella de carbono en la producción de los objetos enumerados a continuación:

- Tubos subterráneos a los que no se aplica presión y partes de sistemas para drenaje de carreteras y de tierra, para aplicaciones de aguas pluviales,
- Protección de cables, conductos de cables tanto para aplicaciones subterráneas, para aplicaciones de carreteras y ferrocarril, canales de cable, marcado de cables y chapas de protección para excavaciones de cables como para tuberías,
- Estructuras laterales de caminos (y ferrocarriles), incluyendo todos los tipos de estructuras auxiliares encontradas a lo largo de las carreteras (por ejemplo, señales, sistemas de iluminación de la carretera, sistemas de carril y de barrera, barreras contra el sonido y el viento, amortiguadores de choque, etc.),
- Pisos y protección de pisos, interiores y exteriores,
- 25 • Materiales para tejados e ingredientes para materiales para techos.

Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar adicionalmente la presente invención sin limitarla.

Ejemplos y métodos de medición

Las siguientes definiciones de términos y métodos de determinación se aplican a la anterior descripción general de la invención, así como a los ejemplos siguientes, a menos que se defina de otra manera.

30 1. Métodos de medición

Contenido de gel (% en peso): se mide de acuerdo con ASTM D2765-90 usando una muestra que consiste de la composición de polietileno de la invención (Método A, extracción de decalina).

35 Análisis de fluorescencia de rayos X (XRF): El contenido elemental se analizó por dispersión de longitud de onda XRF (Espectrómetro de rayos X AXS S4 Pioneer Sequential suministrado por Bruker). La muestra de pellas se prensó hasta una placa de 3 mm de espesor (150°C durante 2 minutos, bajo presión de 5 bar y se enfrió a temperatura ambiente). Generalmente, en el método XRF, la muestra es irradiada por ondas electromagnéticas con longitudes de onda de 0.01-10 nm. Los elementos presentes en la muestra emitirán entonces una radiación de rayos X fluorescente con energías discretas que son características de cada elemento. Al medir las intensidades de las energías emitidas, se puede realizar un análisis cuantitativo. En este caso, el análisis se ha realizado con un programa estándar libre en donde se detectan los 28 elementos más comunes y se calculan las concentraciones de los elementos detectados con base en una matriz de CH₂.

Módulo de flexión: se determina sobre una muestra moldeada por compresión según ISO 178 a 23°C, el grosor de la muestra se menciona a continuación en la preparación de la muestra.

45 Prueba de tracción: Se determinaron la resistencia a la tracción y el módulo de la tracción para los ejemplos IE1-5, CE3-5 en las muestras moldeadas por compresión según ISO 527-2 a 50 mm/min y 23°C, el espesor de la muestra se menciona a continuación en la preparación de la muestra. La prueba de tracción para los ejemplos IE6 y CE1, 2, 6-8 se midió de acuerdo con ISO 527-2 en las muestras moldeadas por inyección como se describe en EN ISO 1872-2 (80 x 10 x 4 mm), en donde la velocidad de cruceta para probar el módulo fue de 1 mm/min y la velocidad de cruceta para probar la resistencia a la tracción y los alargamientos fue de 50 mm/min.

50 La muestra de prueba producida según la norma EN ISO 1872-2 (los especímenes de prueba producidos fueron 10 muestras de prueba multipropósito de tipo B de acuerdo con la norma ISO 3167).

Prueba de impacto de Charpy: La resistencia al impacto con muescas (Charpy NIS) se mide según ISO 179 1eA a 23°C y -20°C, respectivamente. El impacto se mide en muestras preparadas a partir de las muestras moldeadas por inyección según se describe en EN ISO 1872-2 (80 x 10 x 4 mm).

2. Ejemplos

5 Resina base:

PEX:

RECICLADO DE PEX 1 MM: un polietileno reticulado que es un residuo de cable postconsumo totalmente reciclado se presenta en forma de gránulos de diámetro inferior a 1 mm. El PEX tiene un contenido en gel de aproximadamente el 50% en peso. La Tabla 1 muestra el resultado analítico de PEX RECYCLATE 1 MM

10 Tabla 1. Contenido elemental determinado mediante análisis XRF en tres placas prensadas de 3 mm.

Zinc	48 ppm
Titanio	82 ppm
Calcio	955 ppm
Azufre	125 ppm
Silicio	316 ppm
Aluminio	1450 ppm
Magnesio	191 ppm
Cloro	389 ppm
Cobre	59 ppm
Hierro	61 ppm
Níquel	<5 ppm
Fósforo	<5
Cromo	<5
Potasio	<5
Vanadio	<5

PE:

15 HE3450: un copolímero bimodal virgen de polietileno de alta densidad, comercialmente disponible en Borealis con una velocidad de flujo de fusión (MFR2) de 0.5 g/10 min, de acuerdo con ISO 1133 (190 °C, 2.16 kg) y una densidad de 0.950 g/cm³.

KRUTENE-HD: un polietileno de alta densidad reciclado en la forma de pellas, comercialmente disponible de KRUSCHITZ GMBH con una velocidad de flujo de fusión (MFR2) de 0.49 g/10 min, según ISO 1133 (190°C, 2.16 kg) y una densidad de 0.950 g/cm³.

Rellenador inorgánico

20 CALCITEC M/5: Rellenador de carbonato de calcio que tuvo un tamaño promedio de partícula promedio en peso D50 de 5.0 micrómetros con sólo un 1% en peso que tuvo un tamaño de partícula de 19 micrómetros o superior y una pureza de 99% de CaCO₃.

25 MISTRON 75-6 A: Rellenador de talco que tuvo un tamaño de partícula promedio en peso D50 de 4.0 micrómetros con sólo 2% en peso que tiene un tamaño de partícula de 20 micrómetros o más y una pureza de 98% de silicato de Mg.

Mezclado y preparación de muestras moldeadas por inyección y moldeadas por compresión

La cantidad predeterminada de PEX y PE se mezcló con el relleno inorgánico en un mezclador Brabender 350E

ES 2 699 023 T3

con un elemento de rodillo a una temperatura de 180°C durante 10 min. La velocidad del tornillo era 40 RPM. El equipo se purgó con nitrógeno durante la homogeneización para minimizar la degradación.

Moldeo por inyección: Los especímenes de prueba para los ejemplos IE6 y CE1, 2, 6-8 se moldearon por inyección utilizando una máquina Engel e-motion 310/55HL con un tornillo de 35 mm a 210°C.

- 5 Moldeo por compresión: Los especímenes de prueba para los ejemplos IE1-5, CE3-5 se moldearon por compresión. Las materias primas se transfirieron a un dispositivo de moldeo por compresión para producir placas de aproximadamente 2-4 mm de espesor a partir de las cuales se maquinaron las muestras en el tipo de muestra especificado para el método de prueba particular, respectivamente. Se utilizaron muestras de 2 mm de espesor para las mediciones de la tracción y se usaron muestras de 4 mm de espesor para las mediciones en el modo de flexión.
- 10 Condiciones de moldeo por compresión: 200°C a baja presión durante 10 minutos y durante 5 minutos a 614 N/cm² y enfriamiento gradual a 15°C/min.

- 15 La tabla 2 y la tabla 3 listan las recetas de la composición y las propiedades mecánicas para seis ejemplos de la invención IE1 a IE6 y ocho ejemplos comparativos CE1 a CE8. Los ejemplos de la invención muestran una combinación sorprendentemente buena de propiedades mecánicas en comparación con los ejemplos CE2-8 y más cerca de las propiedades mecánicas con respecto a CE1.

Tabla 2. Receta de la composición y propiedades mecánicas de las muestras de la invención

	IE1	IE2	IE3	IE4	IE5	IE6
HE3450-H (0.950 g/cm ³)						
KRUTENE-HD (0.952 g/cm ³)	30	45	30	45	60	60
PEX RECYCLATE 1MM	30	30	45	30	30	10
CALCITEC M/5	40	25				
MISTRON 75-6 A			25	25	10	10
suma	100	100	100	100	100	100
Tensión en la ruptura (MPa)	13.2	14.7	14.9	19.6	18.0	11.2
Límite elástico	15.4	17.8	15.7	20.6	18.5	-
Módulo de flexión (MPa)	1120	950	1040	1330	940	-
EAB (%)	5.4	12.2	5.3	3.9	7.2	40.0
NIS Charpy 23 °C (kJ/m ²)	-	-	-	-	-	20.1
NIS Charpy -20 °C (kJ/m ²)	-	-	-	-	-	4.4

Tabla 3. Receta de la composición y propiedades mecánicas de las muestras comparativas

	CE1	CE2	CE3	CE4	CE5	CE6	CE7	CE8
HE3450-H (0.950 g/cm ³)	100	80						
KRUTENE-HD (0.952 g/cm ³)					55	80	60	100
PEX RECYCLATE 1MM			60	75	45			
CALCITEC M/5			40				40	
MISTRON 75-6 A		20		25		20		
suma	100	100	100	100	100	100	100	100
Tensión en la ruptura (MPa)	23.1	4.6	10.7	10.2	6.6	5.3	13.0	8.5
Límite elástico	19.6	-	11.9	10.5	18.1	-	-	-

ES 2 699 023 T3

Módulo de flexión (MPa)	820	-	590	400	620	-	-	-
EAB (%)	647.0	82.0	8.4	8.9	63.8	53.0	13.9	144.0
NIS Charpy 23 °C (kJ/m ²)	56.0	34.2	-	-	-	8.0	16.5	18.0
NIS Charpy -20 °C (kJ/m ²)	16.9	10.4	-	-	-	3.9	5.8	4.0

REIVINDICACIONES

1. Una composición de polietileno, caracterizada porque comprende una resina base y un rellenedor mineral inorgánico que está presente en la composición en una cantidad de 1 a 50% en peso con respecto al peso de la composición, en donde la resina base comprende:
 - 5 (a) un primer polietileno reticulado (PEX) que tiene un contenido en gel (medido de acuerdo con ASTM D 2765:2006) en el intervalo de 5% a 80% con respecto al peso del polietileno reticulado (PEX), obteniéndose el polietileno reticulado (PEX) a partir de residuos reciclados, y
 - (b) un segundo polietileno (PE) seleccionado de polietileno virgen y polietileno reciclado, o mezclas de los mismos.
- 10 2. Composición de polietileno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada porque la proporción en peso de PEX:PE en la resina base está en el intervalo de más de 10:90 hasta 90:10.
3. Composición de polietileno de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, caracterizada porque el polietileno reticulado (PEX) se obtiene a partir de desechos reciclados en donde el desecho se selecciona entre los residuos de cables eléctricos.
- 15 4. Composición de polietileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque el polietileno reticulado (PEX) tiene un contenido de cloro en el intervalo de 300 a 2000 ppm medido con el análisis de fluorescencia de rayos X (XRF).
5. Composición de polietileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque el polietileno reticulado (PEX) tiene:
 - a) un contenido de cobre en el intervalo de 20-500 ppm y/o
 - 20 b) un contenido de aluminio en el intervalo de 500-15000 ppm, medido con análisis de fluorescencia de rayos X (XRF).
6. Composición de polietileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque el segundo polietileno (PE) se selecciona a partir de polietileno de alta densidad virgen (vHDPE), polietileno de densidad media virgen (vMDPE), polietileno de alta densidad reciclado (rHDPE), polietileno de densidad media reciclado (rMDPE) y sus mezclas.
- 25 7. Composición de polietileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque el rellenedor mineral inorgánico se selecciona de CaCO₃ y talco.
8. Composición de polietileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque la composición tiene un contenido de gel en el intervalo de 10 a 40% en peso con respecto al peso de la resina base medida de acuerdo con ASTM D 2765:2006.
- 30 9. Composición de polietileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque la composición tiene un módulo de flexión determinado de acuerdo con ISO 178 de más de 840 MPa.
10. Composición de polietileno de acuerdo con la reivindicación 9, caracterizada porque la composición tiene adicionalmente un alargamiento en la ruptura determinado de acuerdo con ISO 527-2 de más del 2%.
- 35 11. Composición de polietileno de acuerdo con las reivindicaciones 9 o 10, caracterizada porque la composición tiene adicionalmente una resistencia a la tracción en la ruptura determinada de acuerdo con la norma ISO 527-2 de más de 13 MPa.
12. Composición de polietileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 9-11, caracterizada porque la composición tiene adicionalmente un límite elástico determinado de acuerdo con ISO 527-2 de más de 15 MPa.
- 40 13. Proceso para producir una composición de polietileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-12, caracterizado porque el dicho proceso comprende las etapas de:
 - a) introducir los ingredientes en la tolva de entrada de una unidad de mezclado;
 - b) mezclar los ingredientes cuyo mezclado se lleva a cabo homogeneizando los ingredientes alimentados en la entrada y elevando la temperatura por encima del punto de fusión del ingrediente polimérico termoplástico principal, obteniéndose un compuesto mezclado;
 - 45 c) opcionalmente enfriar de manera gradual el compuesto mezclado y llevar a cabo la granulación.
14. Proceso para producir un artículo conformado que comprende una composición de polietileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-12, o una composición de polietileno producida por el proceso de acuerdo con la reivindicación 13, caracterizado porque el dicho proceso comprende la etapa adicional de conformar la dicha composición de polietileno con una etapa de moldeo.

15. Uso de la composición de polietileno de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-12 en el campo de la infraestructura, la construcción y la edificación, aplicaciones de ingeniería y envasado, para reducir la huella de carbono en la etapa de fabricación.