

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 710 998**

51 Int. Cl.:

C08K 5/14 (2006.01)

C08K 5/3435 (2006.01)

C08F 8/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.12.2014 E 14197888 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.11.2018 EP 3034552**

54 Título: **Composición viscorreductora sinérgica de peróxido y éster de hidroxilamina para aumentar la eficiencia viscorreductora**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.04.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**FIEBIG, JOACHIM;
VAN PARIDON, HENK;
WANG, JINGBO y
GAHLEITNER, MARKUS**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 710 998 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 viscorreductora sinérgica de peróxido y éster de hidroxilamina para aumentar la eficiencia viscorreductora.

- 5 La presente invención se refiere a una composición viscorreductora sinérgica de peróxido y un éster de hidroxilamina para aumentar la eficiencia viscorreductora de polímeros de polipropileno a temperaturas de extrusión en estado fundido por debajo de 250 °C y a su uso en polipropileno viscorreductor. La presente invención está relacionada además con el uso de tales polímeros de polipropileno viscorreducidos para la producción de tejidos no tejidos fundidos por soplado con propiedades de barrera mejoradas.

Antecedentes

- 10 La preparación controlada de los grados de poliolefina (tipos de polímeros que tienen diferentes masas molares, viscosidades de fusión, densidades, distribuciones de masa molar, etc.) mediante métodos de mezcla habituales, por ejemplo, mediante extrusión o moldeo por inyección, es un proceso rutinario empleado por los fabricantes de polímeros y procesadores/mezcladores de polímeros.

- 15 El ajuste de los parámetros deseados, por ejemplo, la viscosidad del fundido, por medio de esta etapa del proceso del polímero depende decisivamente de la reactividad controlada y el modo de acción de los aditivos empleados.

El uso de formadores de radicales libres para modificar la viscosidad de fusión (reología) de las poliolefinas es un método generalmente conocido. El que dé como resultado una reducción del peso molecular (degradación) o un aumento en el peso molecular (reticulación) depende principalmente de la estructura química de la poliolefina.

- 20 La reacción de un polímero del tipo de polipropileno con un formador de radicales libres durante un proceso de procesamiento del polímero generalmente da como resultado la degradación del polímero, mientras que los polímeros del tipo de polietileno tienden a reticularse.

- 25 La degradación controlada del polipropileno (PP) para dar un producto que tiene un peso molecular más bajo y una distribución de pesos moleculares más estrecha es un proceso comercialmente importante para producir polipropileno de 'reología controlada' (CR-PP). Mientras que los grados específicos del PP ("grados de reactor") se pueden obtener mediante la optimización del proceso de síntesis o de los sistemas catalizadores (catalizador de metalloceno, catalizador de Ziegler), los grados del PP estándar se modifican frecuentemente en la tecnología del proceso por medio de una etapa de procesamiento posterior a la síntesis.

- 30 Los procesos de degradación conocidos proceden térmicamente, en particular a temperaturas superiores a 280 °C, o en presencia de generadores de radicales libres. En la tecnología del proceso, el proceso inducido por radicales libres se lleva a cabo en extrusoras o máquinas de moldeo por inyección a temperaturas superiores a 180 °C. Los generadores de radicales libres utilizados son peróxidos orgánicos, que se añaden durante la etapa de procesamiento en forma diluida (mezcla maestra de PP, diluido en aceite, estabilizado sobre soportes inorgánicos) o directamente como líquido. En las condiciones de procesamiento dadas, el peróxido se disgrega en radicales libres, que inician las reacciones de escisión de la cadena y forman polímeros que tienen las propiedades reológicas deseadas (viscosidades de fusión). La degradación de un PP para formar un producto que tiene un peso molecular más bajo (mayor índice de fluidez (MFR)) y, lo que es más importante, una viscosidad de fusión más baja se denomina generalmente un proceso de reducción de la viscosidad o viscorreductor.

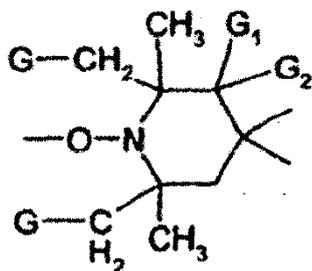
- 40 Los grados CR-PP se utilizan principalmente para aplicaciones de película, fibra y moldeo por inyección en los que las bajas viscosidades de fusión son un requisito previo para un procesamiento económico. Hoy en día se requiere una amplia gama de viscosidades de fusión o pesos moleculares en la tecnología del proceso.

- 45 Otro parámetro que influye en el comportamiento de procesamiento del polímero, además del peso molecular, es la distribución del peso molecular (MWD). Mientras que los grados de polímeros que tienen MWD amplios muestran un comportamiento de orientación mejorado de las cadenas de polímeros, a bajas velocidades de extracción en un proceso de hilado de fibras, en el caso de altas velocidades de extracción y amplios MWD, sucede lo contrario. Por esta razón, los MWD estrechos son esenciales a altas velocidades de extracción para lograr una continuidad mejorada en el proceso de hilatura.

Aparte de los peróxidos, también se conocen otras fuentes de radicales libres, por ejemplo, generadores de radicales de C basados en sistemas de cumilo, pero estos pueden usarse solo a temperaturas superiores a 280 °C.

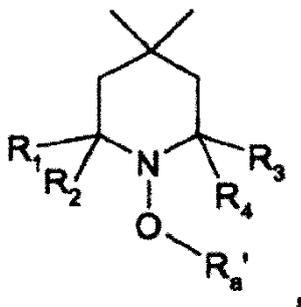
- 50 También se conoce el uso de ésteres de hidroxilamina como fuente de radicales libres.

El documento WO 97/49737 describe un proceso para reducir el peso molecular de los polímeros a temperaturas superiores a 280 °C utilizando los llamados compuestos NOR-HALS (HALS: fotoestabilizadores a base de amina impedida) que contienen el grupo:



- 5 en el que G es hidrógeno o metilo y G1 y G2 son cada uno hidrógeno, metilo o juntos son oxo. Estos compuestos NOR-HALS conocidos producen una degradación apreciable del polímero solo a temperaturas superiores a 280 °C.

El documento WO 01/90113 divulga un proceso para reducir el peso molecular del polipropileno, copolímeros de propileno o mezclas de polipropileno, en los que un éster de hidroxilamina de fórmula:

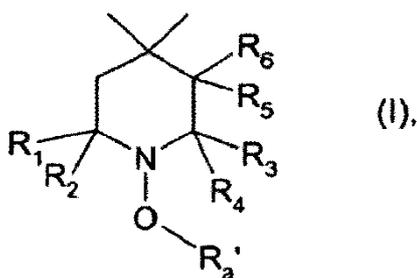


- 10 en la que, entre otros, Ra' es un radical monoacilo y R1 - R4 son sustituyentes alquilo, se añade a los polímeros de polipropileno que se degradarán, y la mezcla se calienta a temperaturas por debajo de 280 °C.

De acuerdo con el documento WO 2007/126994, se puede usar cualquier éster de hidroxilamina conocido en la técnica para reducir el peso molecular o reducir la viscosidad de los compuestos de poliolefina, particularmente polímeros de propileno. Se hace referencia al documento WO 01/90113, donde se describen generalmente tales ésteres de hidroxilamina adecuados. Además, se señala que un éster de hidroxilamina preferible es Irgatec® CR76, comercializado por Ciba Specialty Chemicals Corporation (ahora por BASF). El polipropileno degradado se utiliza para elementos de filtro no tejidos.

De la tesis de Alexandros Psarreas presentada a la Universidad de Waterloo en 2006, referida a la degradación controlada de polipropileno mediada por nitróxido (p. ej., en la página 14), se sabe que Irgatec® CR76 muestra un rendimiento viscorreductor equivalente al de un peróxido a una temperatura de extrusión en estado fundido de 250 °C. Solo a temperaturas más altas, como a partir de 270 °C, especialmente a partir de 280 °C, el rendimiento de Irgatec® CR76 es mejor que el rendimiento del peróxido.

El documento EP 1 282 630 describe el uso de ésteres de hidroxilamina para la degradación controlada del polipropileno, en el que el éster de hidroxilamina tiene la fórmula



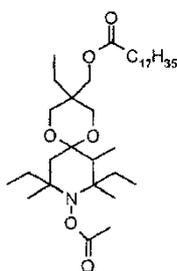
donde

Ra' es un radical monoacilo o diacilo; R1 - R4 son cada uno alquilo C1-C6; y R5 y R6 son cada uno, independientemente uno de otro, hidrógeno, alquilo C1-C6 o arilo C6-C10; o R5 y R6 son juntos oxígeno.

5 Se afirma en el documento EP 1 282 630 que en una realización específica, se pueden añadir a los polímeros a degradar otras fuentes de radicales libres, por ejemplo, un compuesto bisazo adecuado, un peróxido o un hidroperóxido, además de los ésteres de hidroxilamina (I). El uso de dos fuentes de radicales libres se muestra en los ejemplos solo para una degradación secuencial del polipropileno (2 etapas de extrusión) utilizando un éster de hidroxilamina junto con DTBPH (2,5-bis-terc-butilperoxi-2,5-dimetilhexano).

10 El documento EP 1 282 630 no muestra ningún efecto del uso de esta combinación.

El documento EP 1 786 861 divulga el uso de ésteres de hidroxilamina como se describe en el documento WO 01/90113, especialmente un éster de hidroxilamina de fórmula



15 junto con un compuesto de azufre, como el tio-compuesto 1 ("tio-1") de fórmula



para degradar polímeros de polipropileno a temperaturas de extrusión de fusión más bajas, como 250 °C.

20 Como muestran los ejemplos comparativos en la parte experimental de la presente invención, no existe un efecto sinérgico de tal combinación.

Aunque ya se conocen muchas alternativas para la degradación de un PP para formar un producto que tiene un peso molecular más bajo (mayor índice de fluidez (MFR)) y, lo que es más importante, una menor viscosidad en fusión, existe una necesidad constante de mejorar este proceso de viscorreducción, es decir, para encontrar soluciones, que necesiten menos agentes de degradación (es decir, generadores de radicales libres) para lograr la misma eficiencia viscorreductora, especialmente a temperaturas de extrusión en estado fundido por debajo de 250 °C y obtener grados de CR-PP, que se puedan convertir en tejidos no tejidos fundidos por soplado con propiedades de barrera mejoradas.

30 Sorprendentemente, los inventores descubrieron que los objetos anteriores se pueden conseguir con el uso de una combinación de peróxido y un éster de hidroxilamina.

Sumario de la invención

En consecuencia, la presente invención se refiere en un primer aspecto a una composición viscorreductora sinérgica de acuerdo con la reivindicación 1 de peróxido y un éster de hidroxilamina para aumentar la eficiencia viscorreductora de polímeros de polipropileno a temperaturas de extrusión en estado fundido por debajo de 250 °C, que comprenden peróxido (i) y éster de hidroxilamina. (ii) en un intervalo de 1 % en peso (i): 99 % en peso (ii) a 99 % en peso (i): 1 % en peso (ii), por lo que se añadirán peróxido (i) y éster de hidroxilamina (ii) como mezcla o como componentes individuales al polipropileno en el que se va a reducir la viscosidad.

40 Además, la presente invención se refiere al uso de acuerdo con la reivindicación 4 de una composición de este tipo que comprende un peróxido (i) y un éster de hidroxilamina (ii) para aumentar el índice de fluidez MFR₂ (230 °C/2,16 kg) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de polímeros de polipropileno a temperaturas de extrusión en estado fundido por debajo de 250 °C.

En otro aspecto, la presente invención se refiere a un método de acuerdo con la reivindicación 5, que aumenta la eficiencia viscorreductora de los polímeros de polipropileno a temperaturas de extrusión en estado fundido por debajo de 250 °C al añadir la composición viscorreductora sinérgica de peróxido (i) y un éster de hidroxilamina (ii) al polímero de polipropileno en el que se desea reducir la viscosidad.

- 5 En un aspecto adicional, la presente invención se refiere al uso de acuerdo con la reivindicación 6 de polímeros de polipropileno en los que se va a reducir la viscosidad con la composición viscorreductora sinérgica para producir tejidos no tejidos fundidos por soplado con propiedades de barrera mejoradas.

A continuación se describe la invención con más detalle.

- 10 La composición viscorreductora sinérgica de acuerdo con la presente invención contiene peróxido (i) y un éster de hidroxilamina (ii).

Peróxido (i)

- 15 Los agentes viscorreductores de peróxido típicos son el 2,5-dimetil-2,5-bis(terc-butil-peroxi)hexano (DHBP) (por ejemplo, vendidos con los nombres comerciales Luperox 101 y Trigonox 101), 2,5-dimetil-2,5-bis(terc-butil-peroxi)hexano-3 (DYBP) (por ejemplo, se vende con los nombres comerciales Luperox 130 y Trigonox 145), peróxido de dicumilo (DCUP) (por ejemplo, se vende con los nombres comerciales Luperox DC y Perkadox BC), peróxido de di-terc-butilo (DTBP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Trigonox B y Luperox Di), peróxido de terc-butilcumilo (BCUP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Trigonox T y Luperox 801) y bis(terc-butilperoxiisopropil)benceno (DIPP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Perkadox 14S y Luperox DC).

Los peróxidos preferidos son 5-dimetil-2,5-bis(terc-butil-peroxi)hexano (DHBP) y peróxido de terc-butilcumilo (BCUP).

- 25 Está dentro del alcance de la presente invención usar un peróxido específico o mezclas de diferentes peróxidos.

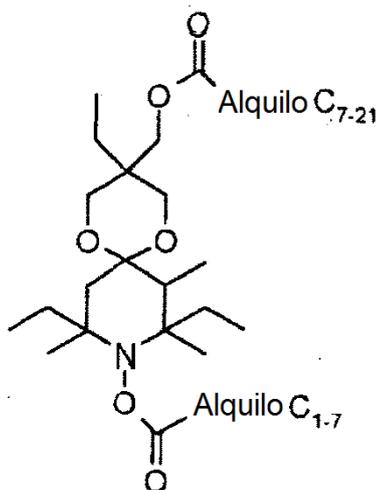
El peróxido puede ser parte de una mezcla maestra.

- 30 En el sentido de la presente invención, "mezcla maestra" significa una premezcla concentrada de un polímero de propileno con un agente formador de radicales libres (peróxido).

El compuesto de peróxido puede estar contenido preferiblemente en la composición de mezcla maestra de peróxido en un intervalo de 1 a 50 % en peso, como de 5 a 40 % en peso, basado en la composición total de la mezcla maestra.

- 35 *Éster de hidroxilamina (ii)*

Los ésteres de hidroxilamina adecuados (ii) son compuestos de la fórmula



El más preferido es un compuesto de la fórmula anterior, en el que el grupo alquilo es un grupo C₁₇. Dicho compuesto está comercializado con el nombre comercial Irgatec® CR76 vendido comercialmente por BASF.

El éster de hidroxilamina también se puede añadir en forma de una mezcla maestra que contiene estos compuestos en una matriz polimérica en una concentración, por ejemplo, de aproximadamente 1 a 50 % en peso, preferiblemente de 2 a 10 % en peso.

Composición sinérgica de agente viscorreductor

5 La composición sinérgica de agente viscorreductor de la presente invención contiene peróxido (i) y un éster de hidroxilamina (ii) en un intervalo de 1 % en peso (i) : 99 % en peso (ii) a 99 % en peso (i) : 1 % en peso (ii), preferiblemente en el intervalo de 20 % en peso (i) : 80 % en peso (ii) a 95 % en peso (i) : 5 % en peso (ii), más preferiblemente en el intervalo de 25 % en peso (i) : 75 % en peso (ii) a 90 % en peso (i) : 10 % en peso (ii), incluso más preferiblemente en el intervalo de 30 % en peso (i) : 70 % en peso (ii) a 85 % en peso (i) : 15 % en peso (ii) y lo
10 más preferiblemente en el intervalo de 50 % en peso (i) : 50 % en peso (ii) a 85 % en peso (i) : 15 % en peso (ii).

Los porcentajes en peso se refieren a los compuestos puros (i) y (ii).

15 El peróxido y el éster de hidroxilamina se pueden usar directamente como mezcla o los dos componentes de la composición se pueden añadir por separado al polímero de polipropileno en el que se va a reducir la viscosidad.

Preferiblemente, el peróxido y el éster de hidroxilamina se añaden al polímero de polipropileno en el que se va a reducir la viscosidad directamente como una mezcla.

20 Preferiblemente, el éster de hidroxilamina se añade en forma de mezcla maestra y el peróxido en forma pura.

Más preferiblemente, el peróxido así como el éster de hidroxilamina se añaden en forma de mezcla maestra.

Polímero de polipropileno en el que se va a reducir la viscosidad.

25 Los polímeros de polipropileno en los que se va a reducir la viscosidad pueden abarcar homopolímeros de propileno, copolímeros aleatorios de propileno y mezclas de polipropileno.

30 Los copolímeros aleatorios de propileno comprenden uno o dos comonómeros en diversas proporciones de hasta el 20 % en peso, preferiblemente hasta el 10 % en peso, del contenido total de comonómeros. Ejemplos de comonómeros son: olefinas tales como 1-olefinas, p.ej., etileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno o 1-octeno, isobutileno, cicloolefinas, p.ej., ciclopenteno, ciclohexeno, norborneno o etiliden-norborneno, dienos tales como butadieno, isopreno, 1,4-hexadieno, ciclopentadieno, diciticlopentadieno o norbornadieno; también derivados de ácido acrílico y anhídridos carboxílicos insaturados tales como anhídrido maleico.

35 Los comonómeros preferidos son etileno, 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno.

Las mezclas de polipropileno que pueden usarse son mezclas de polipropileno con poliolefinas, preferiblemente con polímeros a base de polipropileno.

40 Preferiblemente, se usan homopolímeros de propileno o copolímeros aleatorios de propileno como material de partida, más preferiblemente solo se usan homopolímeros de propileno.

La adición al polipropileno, copolímeros de propileno o mezcla de polipropileno se puede llevar a cabo en todas las máquinas de mezcla habituales en las que el polímero se funde y se mezcla con los aditivos. Los expertos en la técnica conocen máquinas adecuadas. Son predominantemente mezcladores, amasadores y extrusoras.

45 El proceso se lleva a cabo preferiblemente en una extrusora introduciendo la composición del agente viscorreductor sinérgico durante el procesamiento.

50 Las máquinas de procesamiento particularmente preferidas son las extrusoras de un solo tornillo, las extrusoras de doble tornillo contra-rotantes y co-rotantes, las extrusoras de engranajes planetarios, las extrusoras de anillo o las co-amasadoras. También es posible utilizar máquinas de procesamiento provistas con al menos un compartimiento de extracción de gas al que se puede aplicar un vacío.

Las extrusoras y amasadoras adecuadas se describen, por ejemplo, en el Handbuch der Kunststoffextrusion, Vol. 1 Grundlagen, Editors F. Hensen, W Knappe, H. Potente, 1989, pp. 3-7, ISBN:3-446-14339-4 (Vol. 2 Extrusionsanlagen 1986, ISBN 3-446-14329-7).

55 Las composiciones descritas anteriormente que comprenden peróxido (i) y éster de hidroxilamina (ii) se añaden al polímero de propileno en el que se va a reducir la viscosidad en concentraciones, basadas en la cantidad de polímero en el que se va a reducir la viscosidad, de aproximadamente 0,001 a 5,0 % en peso, en particular de 0,01 a 2,0 % en peso y de manera particularmente preferible de 0,02 a 1,0 % en peso. Como se mencionó anteriormente, el

peróxido (i) y el éster de hidroxilamina ii) se pueden añadir como compuestos individuales o como mezclas al polímero en el que se va a reducir la viscosidad.

- 5 Además de la composición sinérgica del agente viscorreductor, se pueden añadir antioxidantes, neutralizadores de ácidos y/o estabilizadores del procesamiento o mezclas de estos al polímero de propileno en el que se va a reducir la viscosidad en pequeñas cantidades de hasta el 3,0 % en peso, preferiblemente hasta el 1,5 % en peso, más preferiblemente hasta el 1,0 % en peso basado en el polímero de polipropileno como máximo. En el caso de los aditivos, normalmente se añade un máximo de 1 % en peso.

Ejemplos de antioxidantes adecuados son:

- 10 Pentaeritritil tetrakis (3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato) (Irganox® 1010), octadecil-3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato) (IRGANOX 1076), 3,3',3',5,5',5'-hexa-terc-butil- α,α',α' -(mesitileno-2,4,6-triil) tri-p-cresol (IRGANOX 1330), dietil bis(((3,5-bis(1,1-dimetil-4-hidroxifenil)metil) fosfonato de calcio) (IRGANOX 1425), 1,3,5-tris(3,5-di-terc-butil-4-hidroxibencil)-1,3,5-triazina-2,4,6 (1H,3H,5H)triona (IRGANOX 3114), tris (2,4-di-terc-butilfenil)fosfito (Irgafos® 168), tris(nonilfenil)fosfito, tetrakis(2,4-di-terc-butilfenil) [1,1-bifenil]-4,4'-diilbisfosfonito (IRGANOX P-EPQ), 3,3'-tiodipropionato de didodecilo (IRGANOX PS 800), 3,3'-tiodipropionato de dioctadecilo (IRGANOX PS 802); 5,7-di-terc-butil-3-(3,4-dimetilfenil)-3H-benzofuran-2-ona (IRGANOX HP 136) y diestearilhidroxilamina (Irgastab® FS 042).

Los neutralizadores de ácidos adecuados son, por ejemplo, estearato de calcio, estearato de zinc, hidrotalcitas o lactato de calcio o lactilato de calcio de Patco (Paticonic®)

- 20 La viscosidad de los polímeros de polipropileno se reduce a temperaturas elevadas, pero aún por debajo de una temperatura de extrusión en estado fundido inferior a 250 °C, preferiblemente a una temperatura de extrusión en estado fundido de 160 °C a menos de 250 °C y más preferiblemente de 200 °C a 245 °C.

El período de tiempo necesario para la degradación puede variar en función de la temperatura, la cantidad de material a degradar y, por ejemplo, el tipo de extrusora usada.

- 25 La composición sinérgica del agente viscorreductor aumenta la eficiencia viscorreductora en comparación con el uso de los componentes individuales como se muestra en la parte experimental. Se muestra que el efecto de reducción del peso molecular es mayor que el esperado, lo que indica un sinergismo entre los dos agentes generadores de radicales.

- 30 Por lo tanto, cuando se utiliza la composición sinérgica de agente viscorreductor es posible usar cantidades más pequeñas de agentes viscorreductores para lograr el resultado deseado.

Por lo tanto, un aspecto adicional de la presente invención es el uso de una composición de este tipo que comprende un peróxido (i) y un éster de hidroxilamina (ii) para aumentar el índice de fluidez MFR₂ (230 °C/2,16 kg) medida de acuerdo con la norma ISO 1133 de polímeros de polipropileno a temperaturas de extrusión en estado fundido por debajo de 250 °C.

- 35 En otro aspecto, la presente invención se refiere a un método para aumentar la eficiencia viscorreductora de los polímeros de polipropileno a temperaturas de extrusión en estado fundido por debajo de 250 °C mediante la adición de la composición sinérgica viscorreductora de peróxido (i) y un éster de hidroxilamina (ii) al polímero de polipropileno en el que se va a reducir la viscosidad.

- 40 En un aspecto adicional, la presente invención se refiere al uso de polímeros de polipropileno en los que se va a reducir la viscosidad con la composición viscorreductora sinérgica para producir tejidos no tejidos fundidos por soplado con propiedades de barrera mejoradas.

- 45 Los tejidos no tejidos fundidos por soplado producidos a partir de un polímero de polipropileno en el que se reduce la viscosidad con la composición viscorreductora sinérgica muestran propiedades de barrera mejoradas en comparación con los polímeros de polipropileno en los que se reduce la viscosidad mediante el uso de peróxido o mediante el uso de éster de hidroxilamina solo.

Las propiedades de barrera mejoradas se demuestran por un valor más alto de la cabeza hidrostática (3ª gota, cm H₂O resp. mbar), medido de acuerdo con la prueba estándar WSP 80.6 (09).

- 50 Además, la presente invención también se refiere a un artículo seleccionado del grupo que consiste en medios de filtración (filtro), pañales, compresas higiénicas, salvaslips, productos de incontinencia para adultos, indumentaria protectora, paños quirúrgicos, batas quirúrgicas y ropa quirúrgica en general, que comprende los tejidos no tejidos fundidos por soplado, preferiblemente en una cantidad de al menos 80,0 % en peso, más preferiblemente en una

cantidad de al menos 95,0 % en peso, basado en el peso total del artículo. En una realización de la presente invención, el artículo consiste en el tejido no tejido fundido por soplado.

PARTE EXPERIMENTAL

A. Métodos de medición

- 5 Las siguientes definiciones de términos y métodos de determinación se aplican a la descripción general anterior de la invención, incluidas las reivindicaciones, así como a los siguientes ejemplos, a menos que se indique lo contrario.

Cálculo del MFR₂ esperado total

Con la condición de que el MFR total de la composición con peróxido e hidroxilamina siga la ley de aditivos, el MFR total será la suma del MFR (peróxido) + MFR (hidroxilamina).

- 10 Esto significa que el MFR calculado es la suma del MFR del material en el que se reduce la viscosidad solo con peróxido y el MFR del material en el que se reduce la viscosidad solo con el éster de hidroxilamina, las cuales se han medido (ver también la Figura 1).

- 15 El MFR₂ (230 °C) se mide de acuerdo con la norma ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg de carga). El MFR₂ de la composición de polipropileno se determina en los gránulos del material, mientras que el MFR₂ del tejido fundido por soplado se determina en piezas cortadas de una placa moldeada por compresión preparada a partir del tejido en una prensa calentada a una temperatura de no más de 200 °C, teniendo dichas piezas una dimensión que es comparable a la dimensión del gránulo.

Cabeza hidrostática

- 20 La cabeza hidrostática o resistencia al agua determinada por una prueba de presión hidrostática se determina según la prueba estándar WSP (Worldwide Strategic Partners) WSP 80.6 (09) publicada en diciembre de 2009. Esta norma de la industria se basa a su vez en la norma ISO 811:1981 y utiliza ejemplares de 100 cm² a 23 °C con agua purificada como líquido de prueba y una tasa de aumento de la presión del agua de 10 cm/min. Una columna de H₂O de X cm de altura en esta prueba corresponde a una diferencia de presión de X mbar.

25 Eficiencia de la filtración

- La eficiencia de la filtración del aire se determinó según la norma EN 1822-3 para medios de filtro de lámina plana, utilizando un área de filtro de prueba de 400 cm². La retención de partículas se probó con un aerosol habitual de sebacato de dietilhexilo (DEHS), calculando la eficiencia de la fracción con un diámetro de 0,4 μm con un análisis de clase con una escala de 0,1 μm. Se usó un caudal de aire de 16 m³ • h⁻¹ correspondiente a una velocidad del aire de 0,11 m • s⁻¹.

30

B. ejemplos

Materiales usados

PP-Homo-1: HC001A-B1: homopolímero de propileno con una densidad de 905 kg/m³ y un MFR (2,16 kg, 230 °C) de ~3,7 g/10 min. Es distribuido por Borealis.

- 35 PP-Homo-2: HJ120UB: homopolímero de propileno de Borealis con un MFR₂ (2,16 kg, 230 °C) de 75 g/10 min, y una densidad de 0,905 g/cm.

PP-Homo-3: HD120MO: homopolímero de propileno de Borealis con un MFR₂ (2,16 kg, 230 °C) de 9 g/10 min y una densidad de 0,905 g/cm.

Antioxidante (AO): Irganox 1010 (FF) proporcionado por BASF.

- 40 Neutralizador de ácido (AS): estearato de calcio proporcionado por Faci.

POX puro: peróxido puro: 2,5-dimetil-2,5-bis(terc-butil-peroxi)hexano (DHBP) (N.º CAS 78-63-7; vendido con el nombre comercial Trigonox 101 de AkzoNobel, NL).

Peróxido (POX PP 5 %): Mezcla maestra al 5 % en PP: DHBP-5-ICS producido por United Initiators. (5 % de 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi) hexano (DHBP) en 95 % de PP)

ES 2 710 998 T3

Éster de hidroxilamina: Irgatec® CR 76, Mezcla maestra 3,3 % en peso en PP, proporcionado por BASF (Irgatec® MB)

Tio-Compuesto 1: 1-octadecanotiol, N.º CAS 2885-00-9, el ensayo al 98 % se adquirió en Sigma Aldrich y se usó tal cual.

5 Ejemplo EI1 a EI3 + EC1 a EC5

Se mezclaron X % en peso de PP-Homo-1 con 0,1 % en peso de Irganox 1010 (FF), 0,05 % en peso de estearato de calcio (N.º CAS 1592-23-0) y % en peso de mezcla maestra de peróxido y % en peso de Irgatec® CR 76 Masterbatch mediante una extrusora ZSK 18 a 240 °C, con un rendimiento de 7 kg/h.

10 Las cantidades en % en peso se pueden ver en la Tabla 1. Además, los valores de MFR₂ (2,16, 230 °C) se dan en la Tabla 1.

Tabla 1:

Ejemplo	EC1	EC2	EC3	EI1	EI2	EI3	EC4	EC5
Componente	% en peso							
PP-homo-1	99,85	98,25	99,05	98,25	98,25	98,25	99,05	98,25
AO	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
AS	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
POX PP 5 %	0	1,6	0,8	0,4	0,8	1,2	0	0
Irgatec® MB	0	0	0	1,2	0,8	0,4	0,8	1,6
MFR ₂	3,76	35,3	16,17	34,16	36,19	37,14	9,1	18,4
EI Ejemplo inventivo								
EC..... Ejemplo comparativo								

15 La tabla 2 muestra el MFR₂ calculado (2,16 kg, 230 °C) que se esperaba en comparación con el MFR₂ real (2,16 kg, 230 °C)

Tabla 2:

Irgatec® MB [% en peso]	MFR Calc.	POX PP5 % [% en peso]	MFR Calc.	Aditivo en bruto	MFR real	1,6 [% en peso]-POX[% en peso]
0,4	6,7	1,2	26,3	33,0	37,14	0,4
0,8	10,4	0,8	18,4	28,8	36,16	0,8
1,2	14,1	0,4	10,5	24,6	34,16	1,2
1,6	18,4	1,6	35,3			0

La figura 1 muestra los valores de MFR₂ para la adición de solo POX PP 5 % o solo Irgatec® MB.

20 La figura 2 muestra los valores de MFR₂ calculados frente a los valores de MFR₂ reales para el 1,6 % en peso del total del agente viscorreductor menos el % en peso de POX (peróxido) utilizado.

Ejemplo EI4 y EC6 y EC7

Se mezcló PP-homo-2 con 0,1 % en peso de Irganox 1010 (FF) y 0,05 % en peso de estearato de calcio (N.º CAS 1592-23-0).

25 A continuación se redujo la viscosidad del PP-homo-2 utilizando una extrusora de doble tornillo co-rotatoria a 240 °C y utilizando 1.700 ppm de POX puro (Trigonox 101) para lograr el MFR₂ objetivo de 800 g/10 min para el EC6.

ES 2 710 998 T3

Para el EC7, se utilizó 1,5 % en peso de Irgatec® CR76 MB para lograr el MFR₂ objetivo de 800 g/10 min. Para el EI4 se usó 1,1 % en peso de Irgatec® CR76 MB y 300 ppm de POX puro (Trigonox 101) para lograr el MFR₂ objetivo de 800 g/10 min.

5 Las composiciones de polipropileno de EI4, EC6 y EC7 se han convertido en tejidos no tejidos fundidos por soplado en una línea Reicofil MB250 utilizando una hilera con 470 orificios de salida de 0,4 mm de diámetro y 35 orificios por 2,5 cm. Los tejidos se produjeron a diferentes temperaturas de fusión, rendimiento, DCD (distancia entre el colector y la matriz) y los volúmenes de aire.

10 Las condiciones de procesamiento y las propiedades de los tejidos fundidos por soplado se indican en las tablas 3 y 4.

Tabla 3: Condiciones de procesamiento para la producción de los tejidos fundidos por soplado.

Ejemplo	Temperatura de fusión	DCD	Volumen del aire	Rendimiento	Peso del tejido	MFR del tejido
	°C	mm	m ³ /h	kg/h.m	g/m ²	g/10 min
EI4	270	200	270	10	9.5	1041
EC6	270	200	310	10	10	1000
EC7	270	200	200	10	9,5	976

Tabla 4: Propiedades de los tejidos fundidos por soplado.

Ejemplo	Eficiencia de filtración	Factor de calidad	Cabeza hidrostática (3ª gota)
	%	100/Pa	cm H ₂ O*
EI4	36,7	0,597	106,6
EC6	25,18	0,561	81,5
EC7	30,52	0,627	88,4

15 Como se puede ver en la Tabla 4 y en la Figura 3, el uso de polímero de polipropileno, en el que se ha reducido la viscosidad con la composición sinérgica de agente viscorreductor de la invención para producir tejidos no tejidos fundidos por soplado, da lugar a tejidos que tienen valores más altos de cabeza hidrostática en comparación con los ejemplos comparativos.

20 **Ejemplo comparativo 8**

Para este ejemplo comparativo, la viscosidad del PP-homo-3 se ha reducido con Irgatec® MB y/o con Thio-1 utilizando la extrusora ZSK 18 a 250 °C, con un rendimiento de 7 kg/h.

- Resultados ver Tabla 5

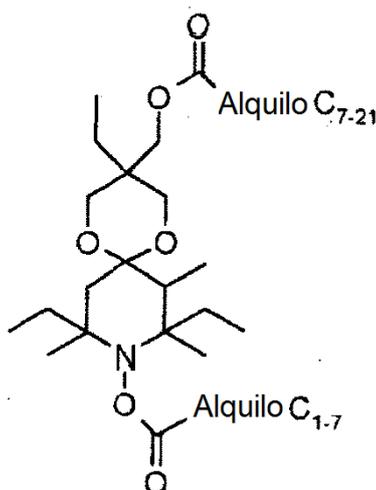
Tabla 5:

	Sin reducción de la viscosidad	Irgatec® MB [% en peso]	Thio-1 [% en peso]	Irgatec® MB + Thio-1 [% en peso]
PP-homo-3	100 % en peso	99,725	99,775	99,698
Irgatec® MB	0	0,08	0	0,08
Thio-1	0	0	0,025	0,025
MFR ₂	8	10,5	15,3	14,1

25 Como se puede ver en la Figura 4, no hay absolutamente ningún efecto sinérgico al usar Irgatec® en combinación con Thio-1 en vista de la eficiencia viscorreductora.

REIVINDICACIONES

1. Composición viscorreductora sinérgica de peróxido y un éster de hidroxilamina para aumentar la eficiencia viscorreductora de polímeros de polipropileno a temperaturas de extrusión en estado fundido por debajo de 250 °C, que comprende peróxido (i) y éster de hidroxilamina (ii) en un intervalo de 1 % en peso (i) : 99 % en peso (ii) a 99 % en peso (i) : 1 % en peso (ii), de modo que el peróxido (i) y el éster de hidroxilamina (ii) se deben añadir como mezcla o como componentes individuales al polipropileno en el que se va a reducir la viscosidad, en el que el éster de hidroxilamina se selecciona del grupo que consiste en derivados de amina estéricamente impedida de fórmula:



- 10 y el peróxido se selecciona de 2,5-dimetil-2,5-bis(terc-butil-peroxi)hexano, 2,5-dimetil-2,5-bis(terc-butil-peroxi)hexino-3, peróxido de dicumilo, peróxido de di-terc-butilo, peróxido de terc-butil-cumilo y bis(terc-butilperoxi-isopropil)benceno.
2. Composición viscorreductora sinérgica de acuerdo con la reivindicación 1, que contiene peróxido puro (i) y éster de hidroxilamina puro (ii) en un intervalo de 20 % en peso (i) : 80 % en peso (ii) a 95 % en peso (i) : 5 % en peso (ii), preferiblemente en el intervalo de 25 % en peso (i) : 75 % en peso (ii) a 90 % en peso (i) : 10 % en peso (ii), más preferiblemente en el intervalo de 30 % en peso (i) : 70 % en peso (ii) a 85 % en peso (i) : 15 % en peso (ii) y lo más preferiblemente en el intervalo de 50 % en peso (i) : 50 % en peso (ii) a 85 % en peso (i) : 15 % en peso (ii).
3. Composición viscorreductora sinérgica de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el polipropileno en el que se va a reducir la viscosidad es un homopolímero de propileno o un copolímero de propileno con hasta 10 % en peso de comonómero seleccionado de etileno, 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno, preferiblemente un homopolímero de propileno.
4. Uso de una composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende un peróxido (i) y un éster de hidroxilamina (ii) para aumentar el índice de fluidez MFR₂ (230 °C/2,16 kg) medido de acuerdo con la norma ISO 1133 de polímeros de polipropileno a temperaturas de extrusión en estado fundido por debajo de 250 °C.
5. Método para aumentar la eficiencia viscorreductora de muestras de polímeros de polipropileno a temperaturas de extrusión en estado fundido por debajo de 250 °C añadiendo la composición viscorreductora sinérgica de peróxido (i) y un éster de hidroxilamina (ii) de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 3 al polímero de polipropileno en el que se va a reducir la viscosidad.
6. Uso de polímeros de polipropileno en los que se va a reducir la viscosidad con la composición viscorreductora sinérgica de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 3 para producir tejidos no tejidos fundidos por soplado con propiedades de barrera mejoradas.
7. Tejido no tejido fundido por soplado que comprende polímeros de polipropileno en los que se reduce la viscosidad con la composición viscorreductora sinérgica de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 3.
8. Artículo seleccionado del grupo que consiste en medios de filtración (filtro), pañales, compresas higiénicas, salvaslips, productos de incontinencia para adultos, indumentaria protectora, paños quirúrgicos, batas quirúrgicas y ropa quirúrgica en general, que comprende los tejidos no tejidos fundidos por soplado de acuerdo con la reivindicación 7.

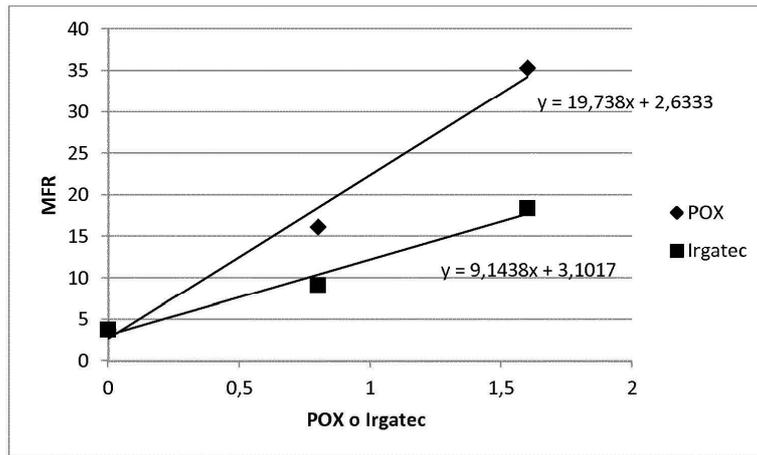


Figura 1: Valores de MFR₂ para la adición de solo POX PP 5 % o solo Irgatec® MB

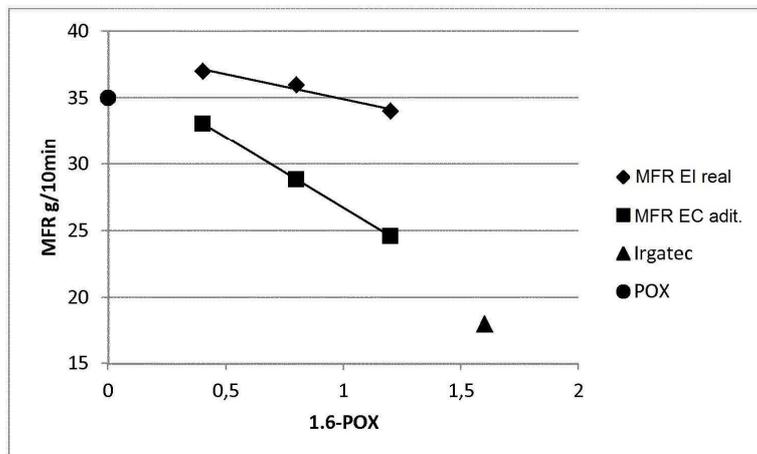


Figura 2: los valores de MFR₂ calculados frente a los valores de MFR₂ reales

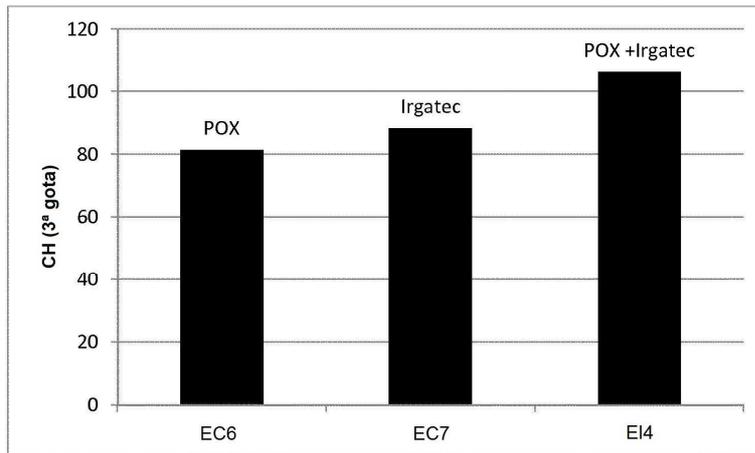


Figura 3: efecto sinérgico del uso de POX + Irgatec

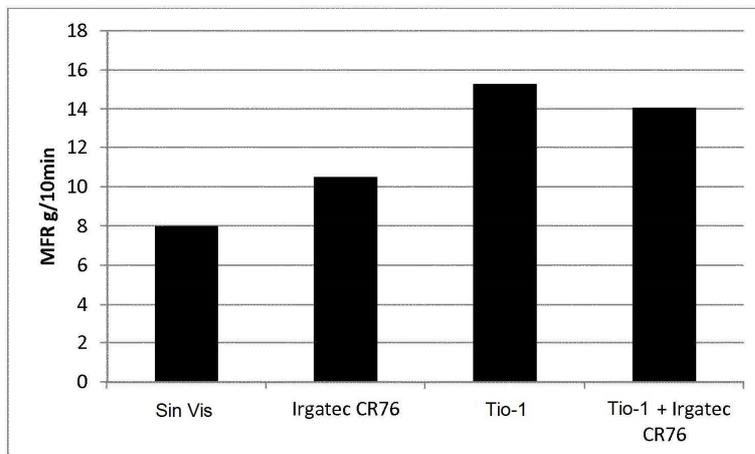


Figura 4: Ejemplo comparativo 8: Sin efecto sinérgico del uso de Irgatec + Tio-compuesto