

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 757 931**

51 Int. Cl.:

C08K 3/36 (2006.01)

C08K 5/14 (2006.01)

C08L 23/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.06.2015 PCT/EP2015/062756**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.12.2015 WO15189163**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.06.2015 E 15726208 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2019 EP 3155040**

54 Título: **Proceso para mejorar la resistencia en estado fundido del polipropileno**

30 Prioridad:

12.06.2014 EP 14172163

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

30.04.2020

73 Titular/es:

**NOURYON CHEMICALS INTERNATIONAL B.V.
(100.0%)
Velperweg 76
6824BM Arnhem, NL**

72 Inventor/es:

**FRIJLINK, WILHELM KLAAS y
NIJHOF, LEONARDUS BERNARDUS
GERHARDUS MARIA**

74 Agente/Representante:

DÍAZ DE BUSTAMANTE TERMINEL, Isidro

ES 2 757 931 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

Proceso para mejorar la resistencia en estado fundido del polipropileno.

5 La invención se refiere a un proceso para mejorar la resistencia en estado fundido del polipropileno usando un peróxido.

Los procesos para mejorar la resistencia en estado fundido del polipropileno usando un peróxido son conocidos en la técnica. Por ejemplo, el documento WO 99/027007 desvela un proceso que requiere el uso de un peroxidicarbonato. En este documento se desvelan varios peroxidicarbonatos, incluidos el peroxidicarbonato de dicetilo y el peroxidicarbonato de dimiristilo.

Las ventajas de estos peroxidicarbonatos de dialquilo de cadena larga particulares son, además de su buen rendimiento en el proceso, sus aspectos de seguridad y facilidad de manipulación. Ambos están en forma sólida y - en contraste con muchos otros peroxidicarbonatos - pueden almacenarse y manipularse de manera segura a temperatura ambiente. Además, se pueden usar de forma segura en un proceso de extrusión. Además, su único producto de descomposición volátil es el CO₂.

Sin embargo, una desventaja de los peroxidicarbonatos de dicetilo y dimiristilo es que su producto de descomposición - los alcoholes de cadena larga - el alcohol cetílico y el miristílico - tienden a migrar a la superficie del polipropileno modificado resultante. Este fenómeno se llama "eflorescencia" y conduce a la formación de partículas blancas o brillantes en la superficie, lo que causa un aspecto no uniforme de la superficie del polímero.

20 La eflorescencia se ve a menudo en polímeros apolares reticulados con di(ter-butilperoxiisopropil)benceno. Ejemplos de dichos polímeros son EPM y EPDM. El compuesto que migra a la superficie del polímero reticulado es diisopropanolbenceno, que es un producto de descomposición de di(ter-butilperoxiisopropil)benceno.

Muchas publicaciones de la técnica anterior tratan sobre la eflorescencia de diisopropanolbenceno y se han propuesto muchos agentes antieflorescencia para este propósito. Por ejemplo, el documento US 4.268.637 usa anhídrido ftálico. Se cree que el anhídrido ftálico reacciona con el diisopropanolbenceno durante la reacción de reticulación, dando como resultado la formación de un material que no es cristalino y no migra a la superficie del polímero reticulado.

El documento WO 01/18074, sin embargo, notificó que se observó que el anhídrido ftálico mismo causaba eflorescencia, y propuso el uso de un copolímero con grupos anhídrido y/o ácido en su lugar.

30 Los polialcoholes y óxidos de polialquileno también se han propuesto como agentes antieflorescencia para el diisopropanolbenceno; véanse los documentos US 3.317.454, WO 2005/092966 y US 2007/0078208.

Sin embargo, la eflorescencia de alcoholes C₁₂-C₂₀ en polipropileno no se ha descrito antes. Evidentemente, tampoco se ha desvelado una solución a este problema.

35 Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es proporcionar un proceso que conduzca a polipropileno con alta resistencia en estado fundido y eflorescencia reducida de alcohol alquílico C₁₂-C₂₀. Más preferentemente, la eflorescencia de dicho alcohol está totalmente ausente del polipropileno.

Este objetivo se logra añadiendo al polipropileno una sílice hidrófila, es decir, una sílice con una concentración de grupos silanol relativamente alta.

40 Además, esto también conduce a un empañamiento reducido a altas temperaturas, empañamiento que generalmente es causado por la evaporación del alcohol del polipropileno.

Por lo tanto, la invención se refiere a un proceso para mejorar la resistencia en estado fundido del polipropileno mediante tratamiento térmico de dicho polipropileno a una temperatura entre 150 °C y 300 °C en presencia del 0,3-3 % en peso, basándose en el peso del polipropileno, de un peroxidicarbonato de dialquilo que tiene grupos alquilo con 12-20 átomos de carbono, en el que se añade sílice hidrófila con una concentración de grupos silanol de al menos 1,0 mmol de grupos Si-OH/g, tal como se mide por valoración con LiAlH₄, a dicho polipropileno antes, durante o después de dicho tratamiento térmico, en una relación molar Si-OH/peroxidicarbonato de dialquilo de más de 0,9; en el que el proceso se lleva a cabo en ausencia de agua y en ausencia de acrilato de hidroxietilo y metacrilato de hidroxietilo.

50 El polipropileno a modificar por el proceso de la presente invención puede ser un homopolímero de propileno o un copolímero o terpolímero aleatorio, alterno o de bloques de propileno y otras olefinas. Generalmente, un copolímero o terpolímero de propileno contendrá una o más olefinas, tales como etileno, buteno, penteno, hexeno, hepteno u octeno, pero también puede comprender estireno o derivados de estireno. El contenido de olefinas distintas del

propileno es preferentemente no más del 30 % en peso de todos los monómeros.

Los homopolímeros de polipropileno y los copolímeros de propileno y etileno son los más preferidos. También es posible usar mezclas de polipropileno y polietileno.

5 Como se mencionó anteriormente, la eflorescencia de alcoholes de cadena larga es un problema en los polímeros apolares. Esta eflorescencia, es decir, la migración a la superficie, se debe a la incompatibilidad entre el alcohol polar y el polímero apolar.

El polipropileno a tratar en el proceso de la presente invención preferentemente, por lo tanto, no es un polipropileno que se ha injertado con un monómero etilénicamente insaturado que contiene un grupo polar, tal como acrilato de hidroxietilo o metacrilato de hidroxietilo.

10 Tampoco es el objetivo del proceso de acuerdo con la invención injertar dicho monómero sobre el polipropileno. En otras palabras: el proceso de acuerdo con la invención se lleva a cabo preferentemente en ausencia de dicho monómero.

15 Además, el proceso de acuerdo con la invención se lleva a cabo en ausencia de agua. Más preferentemente, se lleva a cabo en ausencia de disolventes polares en general (incluidos los alcoholes). Los disolventes polares, tales como el agua, migrarán a la superficie del polipropileno o se unirán a la sílice, lo que impedirá que la sílice actúe como agente antieflorescencia para los productos de descomposición de alcohol C₁₂-C₂₀.

El punto de fusión del homopolímero de propileno disponible en el mercado es de aproximadamente 160-170 °C. El punto de fusión de los copolímeros y terpolímeros de propileno es generalmente más bajo.

20 El peso molecular del polipropileno usado puede seleccionarse de un amplio intervalo. Indicativo del peso molecular es el índice de flujo de fusión (MFI). Se puede hacer uso de un polipropileno que tenga un MFI de 0,1 a 1000 g/10 min (230 °C, 21,6 N). Preferentemente, se hace uso de un polipropileno que tiene un MFI de 0,5 a 250 g/10 min.

El peroxidicarbonato a usar en el proceso de la presente invención tiene la fórmula



25 en la que x = 11-19.

Más preferentemente, el peroxidicarbonato es peroxidicarbonato de dicetilo (x = 15) o peroxidicarbonato de dimiristilo (x = 13). De la manera más preferente, el peroxidicarbonato es peroxidicarbonato de dicetilo.

30 Uno de los productos de descomposición que se forma y que permanece en el polipropileno es el alcohol C₁₂-C₂₀. Estos alcoholes tienen una cabeza polar y una cola apolar y tienden a migrar a la superficie del polipropileno apolar, lo que da como resultado la formación de partículas blancas o brillantes en la superficie del polipropileno.

En el proceso de la presente invención, la sílice hidrófila actúa como agente antieflorescencia.

35 La sílice a usar en el proceso de la presente invención es hidrófila, lo que significa que contiene grupos hidroxilo (silanol) libres en su superficie y no ha sido tratada con un agente hidrofobizante, tal como clorosilanos (por ejemplo, trialquilclorosilanos, dialquildiclorosilanos, alquiltriclorosilanos), hexametildisilazano, trialquilsilanoles u otros agentes hidrofobizantes conocidos en la técnica.

Las sílices hidrófilas incluyen sílice ahumada o pirógena, sílice precipitada y gel de sílice. La sílice precipitada es la más preferida.

40 La sílice hidrófila tiene una concentración de grupos silanol de al menos 1,0, preferentemente al menos 1,25, más preferentemente al menos 1,5 y de la manera más preferente al menos 1,6 mmol de grupos Si-OH por gramo de sílice.

Esta concentración de silanol se puede determinar mediante valoración con LiAlH₄, como se describe en el documento EP-A 0725037, páginas 8-9.

45 La sílice se añade al polipropileno antes, durante o después del tratamiento térmico en presencia de peroxidicarbonato. La sílice se añade al polipropileno en una relación molar de grupos Si-OH/peroxidicarbonato de más de 0,9, y de la manera más preferente más de 1,0. Esta relación es preferentemente no más de 8,0, más preferentemente no más de 6,0, incluso más preferentemente no más de 4,0, y de la manera más preferente no más de 3,5. El número de grupos Si-OH puede determinarse mediante valoración con LiAlH₄, como se mencionó anteriormente.

El proceso de acuerdo con la presente invención se lleva a cabo adecuadamente en un equipo de mezcla en estado fundido convencional. Preferentemente, se usa una extrusora. El uso de una extrusora permite la modificación del polipropileno a combinar con la granulación. Más preferentemente, se hace uso de una extrusora de doble tornillo.

5 El proceso de la presente invención puede llevarse a cabo como un proceso por lotes, un proceso continuo o una combinación de los mismos. Se prefiere un proceso continuo.

El peroxidicarbonato de dialquilo y la sílice pueden mezclarse con el polipropileno antes del tratamiento térmico. Como alternativa, el peroxidicarbonato de dialquilo se puede añadir al polipropileno durante el tratamiento térmico.

La sílice se puede añadir mezclándola con el polvo de PP antes del tratamiento térmico, o por dosificación separada o alimentación lateral a una extrusora durante el tratamiento térmico.

10 Se prefiere añadir peroxidicarbonato de dialquilo, sílice y polipropileno a la extrusora al mismo tiempo, por ejemplo, usando uno o varios alimentadores.

Como alternativa, la sílice se puede añadir después del tratamiento térmico usando formas convencionales de mezclar aditivos en polímeros.

15 La velocidad del tornillo de la extrusora está preferentemente en el intervalo de 25-500 rpm. La temperatura de la extrusora debe estar por encima de la temperatura de fusión del polipropileno.

El proceso de la invención se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 150-300 °C, más preferentemente 155-250 °C, y de la manera más preferente 160-225 °C.

20 Los peroxidicarbonatos de dialquilo que se usarán en la presente invención son sólidos a temperatura ambiente y se pueden añadir al polipropileno como formulación a base de agua (suspensión), como solución, como dispersión en un disolvente inerte tal como isododecano, en forma de escamas, como un polvo, o como mezcla maestra en un vehículo sólido inerte.

En una realización preferida, el peroxidicarbonato y la sílice se mezclan antes de la adición al polipropileno. La ventaja de esto es que la sílice puede actuar como agente antiaglomerante para el peroxidicarbonato, lo que significa que la sílice mejora el comportamiento de flujo del polvo de peroxidicarbonato.

25 Por lo tanto, la presente invención también se refiere a una formulación sólida que comprende peroxidicarbonato de dialquilo y una sílice hidrófila; la concentración de sílice hidrófila es del 0,1-50 % en peso, basándose en el peso combinado de sílice hidrófila y peroxidicarbonato de dialquilo (= el peso de sílice hidrófila + el peso del peroxidicarbonato de dialquilo). Preferentemente, la concentración de sílice hidrófila es del 0,1-25 % en peso, y de la manera más preferente del 0,1-10 % en peso basándose en el peso combinado de sílice hidrófila y peroxidicarbonato de dialquilo.

30 Si se desea, esta formulación contiene un polímero, por ejemplo, polipropileno, preferentemente en combinación con antioxidantes y/o captadores de ácidos (por ejemplo, estearato de calcio). Dicha formulación que contiene polímero puede tener la forma de una mezcla en polvo de los ingredientes individuales, o de una mezcla maestra de peroxidicarbonato y sílice en una matriz polimérica.

35 Si el peroxidicarbonato de dialquilo y la sílice hidrófila se añaden al polipropileno a modificar en forma de una formulación sólida que comprende ambos componentes, aún está permitido añadir una cantidad adicional de sílice a dicho polipropileno, es decir, adicional a la sílice ya presente en dicha formulación sólida.

40 La cantidad de peroxidicarbonato de dialquilo a usar dependerá del grado de modificación deseado y del tipo de polipropileno empleado. Preferentemente, se hace uso de concentraciones de peroxidicarbonato de dialquilo en el intervalo de 0,3 a 3 g de peróxido por 100 g de polipropileno, más preferentemente en el intervalo de 0,5 a 2 g por 100 g de polipropileno.

El tiempo de residencia en la extrusora es generalmente de aproximadamente 10 segundos a 5 minutos.

45 El polímero extruido puede procesarse adicionalmente como es conocido por un experto en la materia. Por ejemplo, usando un granulador subacuático. Como alternativa, el polipropileno modificado extruido se forma directamente en un producto final deseado o se mezcla con otro polímero. Ejemplos de dichos otros polímeros son EPM y EPDM.

Se prefiere llevar a cabo el proceso de la presente invención en una atmósfera de gas inerte, tal como nitrógeno, dióxido de carbono o argón. Preferentemente, se usa nitrógeno.

El proceso de la presente invención se puede llevar a cabo en presencia de un coagente para influir en el índice de flujo de fusión del polipropileno y/o mejorar el grado de modificación.

50 Se entiende generalmente que un coagente es un aditivo reactivo polifuncional tal como un compuesto poliinsaturado que reaccionará rápidamente con radicales poliméricos, superará el impedimento estérico y

minimizará las reacciones secundarias indeseables. Se ofrece más información sobre los coagentes en Rubber Chemistry and Technology, vol. 61, págs. 238-254 y W. Hofmann, Progress in Rubber and Plastics Technology, vol. 1, nº 2, marzo de 1985, págs. 18-50. El término "coagente" tiene el mismo significado que se da en estas publicaciones.

- 5 La incorporación de una cantidad efectiva de uno o más de estos coagentes en el polipropileno, antes o durante el proceso de la presente invención, tiende a influir en el índice de flujo de fusión y el peso molecular del polipropileno modificado.

10 El polipropileno obtenido del proceso de acuerdo con la presente invención puede procesarse en un producto final sin más adaptaciones, si así se desea. El polipropileno puede procesarse al producto final deseado, de todo tipo de formas conocidas por el experto en la materia, y las condiciones de procesamiento generalmente dependen de la aplicación deseada.

15 Opcionalmente, el polipropileno obtenido mediante el proceso de la presente invención se puede purificar, modificar, moldear o mezclar con otros materiales (polímeros), en una o más etapas del proceso, antes de su procesamiento final. Por lo tanto, puede haber modificaciones usando otro polímero o monómero para mejorar la compatibilidad del producto final con otros materiales.

Como alternativa, el polipropileno obtenido puede degradarse para aumentar su procesabilidad y/o aplicabilidad.

20 Si así se desea, adyuvantes convencionales, en una cantidad conocida por un experto en la materia, tales como antioxidantes, estabilizantes UV, lubricantes, antidegradantes, agentes espumantes, agentes nucleantes, cargas, pigmentos, captadores de ácidos (por ejemplo, estearato de calcio), y/o pueden añadirse agentes antiestáticos al polipropileno. Estos adyuvantes pueden añadirse al polipropileno antes, así como durante o después del proceso de acuerdo con la invención. Por ejemplo, se puede añadir un agente de hinchamiento químico (por ejemplo, azodicarbonamida) o se puede inyectar un agente de hinchamiento físico (por ejemplo, un gas como nitrógeno, dióxido de carbono, butano o isobutano) en una extrusora para producir polipropileno espumado. Un agente de hinchamiento químico se añade preferentemente antes o después de la modificación; preferentemente se inyecta un agente de hinchamiento físico después de la modificación. Preferentemente, un estabilizante, por ejemplo, se añaden uno o más antioxidantes para desactivar cualquier radical libre aún presente en el polipropileno obtenido, así como cualquier radical que pueda formarse más tarde a partir del procesamiento posterior en aire/oxígeno. En un experimento típico, se usan de 0,01 a 1,0 partes de un antioxidante por cien partes de polipropileno.

30 El polipropileno obtenido mediante el proceso de acuerdo con la presente invención puede procesarse adicionalmente mediante, por ejemplo, espumado, moldeo de espuma, moldeo por inyección, moldeo por soplado, revestimiento por extrusión, extrusión de perfil, extrusión de película fundida, extrusión de película soplada o termoformado.

EJEMPLOS

Ejemplo 1

35 *Extrusión*

40 500 g de un polvo de polipropileno homopolímero (MFI = aprox. 7 g/10 min), 10 g de peroxidocarbonato de dicetilo (Perkadox® 24L; (2,0 phr), 0,5 g de antioxidante Irganox® 1010 (0,1 phr) y las cantidades respectivas de sílice en forma de polvo (véase la tabla 1) se mezclaron en un cubo con una espátula y posteriormente en un mezclador de cubo durante 10 minutos. Los compuestos se extrusionaron en un sistema Haake PolyLab OS RheoDrive 7 equipado con una extrusora Haake Rheomex OS PTW16 (doble tornillo corrotativo, L/D = 40), de Thermo Scientific, usando los siguientes ajustes:

Ajustes del perfil de temperatura: tolva a 30 °C, zona 1 a 160 °C, zonas 2-4 a 190 °C, zonas 5-6 a 200 °C, zonas 7-10 a 210 °C.

Velocidad del tornillo: 280 rpm.

45 Rendimiento: 1,4 kg/h, dosificado por un alimentador de tornillo gravimétrico Brabender de tipo DDW-MD2-DSR28-10.

Se purgó nitrógeno en la tolva (3,5 l/min) y en el troquel (9 l/min).

El material extruido se condujo a través de un baño de agua para enfriamiento y se granuló mediante un granulador automático. Los gránulos obtenidos se secaron durante una noche en un horno de circulación a 60 °C.

50 *Preparación de la lámina*

A partir de los gránulos secos, se prensaron láminas de 1 mm (y películas de 100 µm) entre dos laminillas de PET y

dos placas metálicas externas, usando una prensa Fontijne de 200 kN a 190 °C y una prensa Fontijne de 400 kN a 30 °C (para enfriar de nuevo).

Las condiciones aplicadas fueron:

láminas de 1 mm	Películas de 100 µm
gránulos de 22 g	gránulos de 1,3 g
Molde de 1 mm de 17 x 8 cm	sin molde

5

Condiciones de prensado (sucesivamente):

1 min a 190 °C/<50 kN	1 min a 190 °C/<50 kN
1 min a 190 °C/50 kN	1 min a 190 °C/50 kN
3 min a 190 °C/150 kN	1 min a 190 °C/150 kN
1 min a 30 °C/150 kN	1 min a 30 °C/150 kN

Evaluación de la lámina

10 Las láminas de 1 mm (y las películas de 100 µm) se evaluaron bajo un microscopio. Las láminas (y películas) se almacenaron durante los tiempos apropiados entre las laminillas de PET a 23 °C.

El microscopio usado para la comparación visual fue un microscopio digital Stemi 2000-C de Carl Zeiss equipado con una cámara Axio Cam Icc 3.

Se aplicó una ampliación de 32x.

15 En las tablas a continuación, "No" significa que no se observó eflorescencia; "sí" significa que se observó eflorescencia (como partículas brillantes).

Índice de flujo de fusión

El índice de flujo de fusión (MFI) se midió con un aparato Goettfert Melt Indexer MI-3 de acuerdo con la norma ISO 1133 (230 °C/2,16 kg de carga). El MFI se expresa en g/10 min.

Resistencia en estado fundido

20 La resistencia en estado fundido (MS) se midió (en cN) con un aparato Goettfert Rheograph 20 (reómetro capilar) en combinación con un aparato Goettfert Rheotens 71.97, de acuerdo con las instrucciones del fabricante usando la configuración y ajustes siguientes:

Rheograph:

- Temperatura: 220 °C
- 25 • Tiempo de fusión: 10 minutos
- Troquel: capilar, longitud 30 mm, diámetro 2 mm
- Cámara de cilindro y pistón: diámetro 15 mm
- Velocidad del pistón: 0,32 mm/s, correspondiente a una velocidad de cizallamiento de 72 s⁻¹
- Velocidad del filamento fundido (al inicio): 20 mm/s

30 Rheotens:

- Aceleración de ruedas (filamento): 10 mm/s²
- Distancia del cilindro a la rueda media: 100 mm

- Longitud del filamento: 70 mm

Resultados

Las láminas de 1 mm fabricadas a partir de los compuestos extruidos y secos en la tabla 1 se evaluaron para eflorescencia 10 semanas después de preparar las láminas.

5

Tabla 1: composición de los compuestos y resultados de PP modificado

peróxido (phr)	Tipo de Sílice	SiOH mmol/g	sílice (phr)	Si-OH/perox. (mol/mol)	MFI (g/10min)	Eflorescencia después de 10 semanas
Ninguno	Ninguno		0		7,3	No
2,0 (Comp.)	Ninguno		0		2,7	Sí
2,0 (Comp.)	Ahumada (Aerosil 200)	0,75	0,5	0,11	n.m.	Sí
2,0 (Comp.)			2,0	0,45	2,9	Sí
2,0 (Comp.)	Precipitada (Sipernat 50S)	2,9	0,5	0,45	n.m.	Sí
2,0			2,0	1,8	2,5	No
<i>n.m. = no medido</i>						

Ejemplo 2

Se repitió el ejemplo 1, excepto que se usaron diferentes cantidades de sílice precipitada. Las láminas de 1 mm de los compuestos extruidos y secos en la tabla 2 se evaluaron 2 semanas después de preparar las láminas.

10

Tabla 2: composición de los compuestos y resultados de PP modificado

peroxidicarbonato de dicetilo (phr)	Tipo de Sílice	Cantidad de sílice (phr)	MFI (g/10min)	Resistencia en estado fundido	Eflorescencia después de 2 semanas
Ninguno	Ninguno	0	7,1	n.m.	No
2,0 (Comp.)	Ninguno	0	2,8	7-8	Sí
2,0	Sipernat 50S	0,5	n.m.	n.m.	Sí
2,0		1,0	n.m.	n.m.	Sí
2,0		2,0	2,7	6,5 - 7,5	No
2,0		4,0	3,1	4-6	No
2,0		8,0	4,8	n.m.	No
<i>n.m. = no medido</i>					

Los resultados de eflorescencia de la tabla 2 para las láminas de 1 mm se confirmaron mediante la evaluación de las películas de 100 µm después de dos semanas.

Ejemplo 3

15

Se repitió el ejemplo 1, excepto que se usó otro grado de polvo de polipropileno homopolímero (MFI = aprox. 12 g/10 min). Las láminas de 1 mm de los compuestos extruidos y secos en la tabla 3 se evaluaron para eflorescencia 10 semanas después de preparar las láminas.

Tabla 3: composición de los compuestos y resultados de PP modificado

ES 2 757 931 T3

peróxido (phr)	Tipo de Sílice	SiOH mmol/g	silice (phr)	Si-OH/perox. (mol/mol)	MFI (g/10min)	Eflorescencia después de 10 semanas
Ninguno	Ninguno		0		12,1	No
2,0	Ahumada (Aerosil 380)	1,5	2,0	0,93	5,9	No
2,0	Precipitada (Sipernat 50S)	2,9	2,0	1,8	4,9	No

A partir de los resultados en las tablas anteriores, está claro que la eflorescencia puede ser suprimida, mientras se mantiene la disminución del MFI y el aumento de la resistencia en estado fundido - añadiendo el tipo y la cantidad correcta de sílice hidrófila.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Proceso para mejorar la resistencia en estado fundido del polipropileno mediante tratamiento térmico de dicho polipropileno a una temperatura entre 150 °C y 300 °C en presencia del 0,3-3 % en peso, basándose en el peso del polipropileno, de un peroxidicarbonato de dialquilo que tiene grupos alquilo con 12-20 átomos de carbono, en el que se añade una sílice hidrófila con una concentración de grupos silanol de al menos 1,0 mmol de grupos Si-OH/g, tal como se mide por valoración con LiAlH₄, a dicho polipropileno antes, durante o después de dicho tratamiento térmico, en una relación molar Si-OH/peroxidicarbonato de dialquilo de más de 0,9; en el que el proceso se lleva a cabo en ausencia de agua y en ausencia de acrilato de hidroxietilo y metacrilato de hidroxietilo.
- 10 2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la relación molar Si-OH/peroxidicarbonato de dialquilo es superior a 1,0.
- 15 3. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el peroxidicarbonato de dialquilo es peroxidicarbonato de dicetilo o peroxidicarbonato de dimiristilo.
- 20 4. Proceso de acuerdo con la reivindicación 3, en el que el peroxidicarbonato de dialquilo es peroxidicarbonato de dicetilo.
- 25 5. Proceso de acuerdo con la reivindicación 2, en el que la relación molar Si-OH/peroxidicarbonato está en el intervalo de 1,0-8,0.
6. Proceso de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la relación molar Si-OH/peroxidicarbonato está en el intervalo de 1,0 a 3,5.
- 30 7. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el proceso se lleva a cabo en ausencia de un monómero etilénicamente insaturado.
8. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el proceso se lleva a cabo en una extrusora.
9. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura es de 160 a 250 °C.
- 35 10. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la sílice hidrófila se añade antes de o durante el tratamiento térmico.