

COMPOSICIONES DE COPOLÍMERO DE PROPILENO ADECUADAS PARA ESPUMAR

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo técnico

La presente divulgación se refiere a un método para producir un copolímero de propileno así como a copolímeros de propileno obtenidos mediante dicho método. El
5 copolímero de propileno es adecuado para una serie de aplicaciones y procesos, incluidos los procesos de formación de espuma, como por ejemplo los procesos de formación de espuma por inyección. Sin embargo, el copolímero de propileno también se puede usar en otras aplicaciones y procesos.

Trasfondo del arte

10 Los polipropilenos, como por ejemplo los polipropilenos producidos con catalizadores de Ziegler-Natta, pueden tener pesos moleculares altos y distribuciones de peso molecular amplias, por lo que tienen una viscosidad de fusión alta, que se evidencia por un índice de fluidez (MFR) bajo. Estas propiedades no son deseables cuando se procesan polímeros de propileno en algunas aplicaciones de productos, tales como, por ejemplo, aplicaciones de
15 moldeo, películas y fibras. Por ejemplo, en los procesos de moldeo por inyección y espumado por inyección, el polipropileno debe tener un MFR alto, es decir, una viscosidad de fusión baja a una temperatura de fusión dada, para facilitar el llenado de moldes de cavidad estrecha, reduciendo así el tiempo del ciclo de producción. Por tanto, se han desarrollado métodos para reducir el peso molecular y para estrechar la distribución del peso molecular cambiando la
20 reología del polipropileno, por ejemplo reduciendo la viscosidad del polipropileno en fase líquida. Un aumento en el índice de fluidez es responsable de la mejora de las propiedades de flujo de los polipropilenos. Este cambio en la reología para mejorar las propiedades de flujo de los polipropilenos, haciendo así que un polipropileno sea más adecuado para algunas aplicaciones de productos, se describe como "modificar" la reología del polipropileno. La
25 reducción de la viscosidad también se describe como "viscorreducción" o "degradación" del polipropileno. La reducción de la viscosidad se aplica convencionalmente al polipropileno.

En la presente solicitud, se pretende que la modificación reológica indique cualquier modificación reológica, incluyendo "viscorrecilación" y reticulación de polipropilenos, en

particular copolímeros de propileno, que también pueden ir acompañadas de reacciones secundarias de degradación.

Es conocido el uso de peróxidos orgánicos para la modificación reológica de polipropilenos.

- 5 Un proceso conocido para viscorretar poliolefinas es la extrusión realizada a una temperatura de aproximadamente 190°C-260°C en presencia de un compuesto de peróxido orgánico. Un ejemplo de este proceso se describe en el documento AU 5141785 A, que se refiere a un proceso para la reducción controlada del peso molecular medio y la alteración de la distribución del peso molecular de homopolímeros o copolímeros de alfa-monoolefina C3-
10 C8 mediante la adición de un peróxido, como tal como 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi)hexano, continuamente a una velocidad cíclica programada para el polímero o copolímero y calentando la mezcla en una extrusora de fusión.

Además, cuando se procesan polipropilenos mediante espumado por inyección, espumado por extrusión, termoformado, recubrimiento por extrusión o moldeo por soplado,
15 se desean una alta resistencia a la fusión y extensibilidad. Por ejemplo, con referencia a los procesos de formación de espuma, si el polipropileno tiene una alta resistencia a la fusión, las paredes de las células de espuma en crecimiento son más estables y no se colapsan. Además, se puede lograr una morfología de espuma más fina y, por lo tanto, una espuma de polipropileno con una densidad más baja, lo que ahorra costes de material y energía.

- 20 Generalmente, la resistencia en estado fundido del polipropileno se puede incrementar aumentando la masa molecular y/o ampliando la distribución de masa molecular y/o introduciendo ramificaciones de cadena larga. Para obtener ramificaciones de cadena larga en polipropileno, es conocido modificar polipropileno lineal por reacción con peroxidicarbonatos en una extrusora de doble husillo. Este tipo de modificación está descrito
25 por A. D. Gotsis et al., *Efecto de la ramificación de cadena larga sobre la procesabilidad del polipropileno en termoformado*, Polymer Engineering and Science, mayo de 2004, vol. 44, No. 5, 973 ss., que muestra que la resistencia a la fusión, la elasticidad y el endurecimiento por deformación aumentan con el aumento del número de ramas de cadena larga en la cadena principal. La presencia de ramificaciones de cadena larga en un polímero y, por lo tanto, de
30 la resistencia en estado fundido del mismo puede evidenciarse por la relación de elasticidad (ER) del polímero, que aumenta con el aumento de la resistencia en estado fundido.

El documento WO 99/27007 A1 describe un proceso de extrusión para mejorar la resistencia en estado fundido del polipropileno que comprende mezclar el polipropileno con al menos un peroxidicarbonato y hacer reaccionar el polipropileno y el peroxidicarbonato a una temperatura entre 150°C y 300°C.

5 Sin embargo, tanto la viscorreducción peroxídica para aumentar la MFR como la reacción del polipropileno con peroxidicarbonato para introducir ramificaciones de cadena larga están asociadas independientemente con la formación de color. La formación de color se evidencia por un aumento del índice de amarillez (YI). Los usuarios siempre perciben el color amarillo como una pérdida de calidad en la apariencia óptica.

10 Además, se sabe que el aumento de la velocidad de flujo de la masa fundida observado en la viscorreducción peroxídica se obtiene generalmente a expensas de la relación de elasticidad. Este efecto no deseado puede deberse al hecho de que la relación de elasticidad es una función no solo de la ramificación de la cadena larga, sino también de la distribución del peso molecular y al hecho de que la viscorreducción peroxídica estrecha la distribución
15 del peso molecular, lo que es perjudicial para la relación de elasticidad. De hecho, la relación de elasticidad aumenta con la ampliación de la distribución del peso molecular. Por tanto, dado que la viscorrección peroxídica da como resultado el estrechamiento de la distribución del peso molecular, la viscorreducción peroxídica impacta negativamente en la relación de elasticidad. Por otro lado, la introducción de ramificación de cadena larga tiene un impacto
20 negativo en el MFR porque el MFR generalmente disminuye con la introducción de ramificación de cadena larga.

Por tanto, los métodos conocidos para producir polipropileno en condiciones de extrusión no permiten obtener polipropileno que tenga un MFR incrementado y un ER incrementado mientras que limitan la formación de color.

25 En vista de lo anterior, todavía existe la necesidad de desarrollar métodos para producir un polipropileno, y en particular un copolímero de polipropileno, simplemente por reacción en condiciones de extrusión, lo que da como resultado un polipropileno que tiene una viscosidad y resistencia a la fusión aumentadas mientras se mantiene la formación de color en un nivel aceptable para los usuarios.

30 RESUMEN DE LA INVENCION

El solicitante ha descubierto sorprendentemente que al usar una composición que comprende esencialmente al menos un peroxidicarbonato y al menos un peróxido orgánico y

al poner en contacto un copolímero de propileno con la composición en condiciones de extrusión, se puede obtener un copolímero de propileno que tiene una combinación única de viscosidad en estado fundido, resistencia al fundido, y resistencia a la formación de color. Esta combinación única puede ser deseable, por ejemplo, en aplicaciones de moldeo por inyección de espuma. En estas aplicaciones, se desea fluidez para un fácil llenado de moldes de cavidad estrecha en combinación con una alta resistencia al fundido que permite construir paredes estables de células de espuma en crecimiento y una baja formación de color para lograr propiedades ópticas atractivas.

Recientemente, los inventores probaron composiciones que comprenden esencialmente al menos un peroxidicarbonato y al menos un peróxido orgánico en un proceso de extrusión de un copolímero de propileno y se sorprendieron al descubrir que tales composiciones funcionaban de manera significativa e inesperadamente mejor, en términos de formación de color, de lo que habría sido predicho. De hecho, una persona experta en la técnica habría esperado que la reacción de un copolímero de propileno con una mezcla de al menos un peroxidicarbonato y al menos un peróxido orgánico conduciría a una formación de color indicada por un YI al menos tan alto como la suma del YI resultante de la acción ejercida por el al menos un peroxidicarbonato y el YI resultante de la acción ejercida por el al menos un peróxido orgánico. Por el contrario, sorprendentemente se obtuvieron valores de YI inferiores a la suma del YI resultante de la acción ejercida por el al menos un peroxidicarbonato y del YI resultante de la acción ejercida por el al menos un peróxido orgánico.

Según un primer aspecto de la misma, la presente divulgación se refiere a un método para producir un copolímero de propileno, que comprende extruir un polipropileno fundido y una composición que comprende esencialmente al menos un peroxidicarbonato y al menos un peróxido orgánico. El término ‘que comprende esencialmente’ significa que no está presente en la composición ningún componente adicional que reaccione con el copolímero de propileno. Por ejemplo, pueden estar presentes en la composición más peroxidicarbonatos y/o más peróxido orgánico. Además, también pueden estar presentes en la composición uno o más diluyentes y/o uno o más aditivos poliméricos, tales como, por ejemplo, estabilizadores, captadores de ácido, agentes nucleantes, agentes antiestáticos, agentes deslizantes, agentes antibloqueo y/o agentes desmoldeantes. Sin embargo, no están presentes en la composición componentes que reaccionan con el copolímero de propileno distintos de peroxidicarbonatos y peróxidos orgánicos. Así, por ejemplo, la composición no contiene agentes de injerto. Según

una o más realizaciones, la composición consta de al menos un peroxidicarbonato y al menos un peróxido orgánico.

Por un lado, la composición seleccionada da como resultado al menos una atenuación del impacto negativo ejercido por el estrechamiento de la distribución del peso molecular en el RE causado por el al menos un peróxido orgánico cuando se usa solo, disminuyendo el RE con el estrechamiento de la distribución del peso molecular. Por otro lado, la composición seleccionada da como resultado al menos una atenuación del impacto negativo correspondiente ejercido por el al menos un peroxidicarbonato sobre el MFR cuando se usa solo, disminuyendo el MFR causado por el al menos un peroxidicarbonato.

Además, ambos efectos se logran sin la formación de color esperada.

En consecuencia, el copolímero de propileno modificado de acuerdo con tal método puede presentar un MFR y un ER que son ambos superiores a las propiedades correspondientes mostradas por el copolímero antes de la modificación, mientras que presenta, al mismo tiempo, una formación de color baja. De hecho, se encontró sorprendentemente que el YI de un copolímero de propileno obtenido mediante el uso de una composición que comprende esencialmente al menos un peroxidicarbonato y al menos un peróxido orgánico es muy inferior a la suma del YI resultante de la acción del al menos un peroxidicarbonato y el YI resultante de la acción del al menos un peróxido orgánico. Por ejemplo, el MFR y el ER pueden mejorarse manteniendo un YI igual o inferior a 6,5.

En la presente descripción y en las siguientes reivindicaciones, el término "copolímero de propileno" se usa para indicar un copolímero de propileno o mezclas de copolímeros de propileno que contienen al menos 50% en peso de propileno copolimerizado.

La extrusión de un copolímero de propileno fundido y una composición pretende indicar la extrusión de un copolímero de propileno en estado fundido en presencia de la composición. La extrusión se puede realizar en una extrusora o en cualquier otro dispositivo de procesamiento de fusión. En ambos casos, la extrusión se realiza en condiciones de extrusión.

De acuerdo con la presente divulgación, la extrusión de un copolímero de propileno fundido y la composición se puede realizar extruyendo el copolímero de propileno, que puede estar, por ejemplo, en una forma inicial de polvo o gránulo, añadiendo la composición antes mencionada al copolímero de propileno y extruyendo en estado fundido el copolímero de propileno en presencia de dicha composición. Según una o más realizaciones, la adición de

la composición al copolímero de propileno se puede realizar, por ejemplo, después de la extrusión del copolímero de propileno. Sin embargo, según otras realizaciones, la adición de la composición al copolímero de propileno puede realizarse, por ejemplo, antes o durante la extrusión del copolímero de propileno. En cualquier caso, de acuerdo con la presente divulgación, tanto el al menos [un] peroxidicarbonato como el al menos un peróxido orgánico se añaden en forma de composición, es decir, se añaden simultáneamente.

Un método tal como se define en el primer aspecto de la divulgación es eficaz para la modificación reológica del copolímero de propileno, incluida la degradación y/o reticulación y/o ramificación de cadena larga del polipropileno, sin dar como resultado niveles inaceptables de color.

Según una o más realizaciones, el al menos un peroxidicarbonato es sólido o líquido a temperatura ambiente.

Según una o más realizaciones, el al menos un peroxidicarbonato tiene una vida media en clorobenceno de una hora o menos a una temperatura entre 55°C y 75°C. Por ejemplo, el al menos un peroxidicarbonato puede tener una vida media en clorobenceno de una hora o menos, tal como de 0,1 h a 1 h, a una temperatura entre 60°C y 70°C.

Según una o más realizaciones, el al menos un peróxido orgánico es sólido o líquido a temperatura ambiente.

Según una o más realizaciones, el al menos un peróxido orgánico tiene una vida media en clorobenceno de una hora o menos a una temperatura entre 125°C y 155°C. Por ejemplo, el al menos un peróxido orgánico puede tener una vida media en clorobenceno de una hora o menos, tal como de 0,1 h a 1 h, a una temperatura entre 130°C y 150°C.

Cuando la composición comprende esencialmente al menos un peroxidicarbonato y al menos un peróxido orgánico que tiene estas cinéticas seleccionadas, el copolímero de propileno tiene MFR y ER aún más mejorados y un YI limitado.

Además, independientemente del tipo de compuestos ejemplares usados en la composición, controlando la cantidad del al menos un peróxido orgánico y/o del al menos un peroxidicarbonato con respecto a la cantidad de polipropileno, se pueden obtener propiedades adaptadas que pueden ser seleccionadas en función de la aplicación del polipropileno.

Así, por ejemplo, de acuerdo con una o más realizaciones, la composición usada en el método de la presente divulgación se puede agregar al copolímero de propileno de tal manera

que la cantidad del al menos un peróxido orgánico con respecto a la cantidad del copolímero de propileno alcanza un valor predeterminado. Por ejemplo, la composición se puede agregar al copolímero de propileno de modo que la cantidad de al menos un peróxido orgánico agregado al copolímero de propileno varíe de 50 ppm a 2000 ppm con respecto a la cantidad de copolímero de propileno, donde las ppm de al menos un peróxido orgánico, en la presente descripción y en las siguientes reivindicaciones, indica mg de al menos una alimentación de peróxido orgánico/kg de alimentación de copolímero de propileno. Cuando la cantidad de al menos un peróxido orgánico añadido al polipropileno es inferior a 50 ppm, la viscorreducción puede ser insuficiente, mientras que cuando la cantidad de al menos un peróxido orgánico añadido al polipropileno es superior a 2000 ppm, se puede observar una degradación excesiva del copolímero de propileno. Por ejemplo, cuando la extrusión se realiza en una extrusora, el método, de acuerdo con una o más realizaciones, puede comprender además alimentar el copolímero de propileno y la composición a la extrusora de modo que se obtiene una relación predeterminada entre la al menos una alimentación de peróxido orgánico y la una alimentación de copolímero de propileno (por ejemplo, de 100 ppm a 1500 ppm, por ejemplo de 150 ppm a 1250 ppm, o por ejemplo de 200 a 1000 ppm).

Según una o más realizaciones, la composición puede añadirse al copolímero de propileno de tal manera que la cantidad de al menos un peroxidicarbonato con respecto a la cantidad de copolímero de propileno alcance un valor predeterminado. Por ejemplo, la composición se puede agregar al copolímero de propileno de manera que la cantidad del al menos un peroxidicarbonato agregado al polímero varíe de 500 ppm a 50000 ppm con respecto a la cantidad del copolímero de propileno, donde las ppm de al menos un peroxidicarbonato, en la presente divulgación y en las siguientes reivindicaciones, indican mg de al menos una alimentación de peroxidicarbonato/kg de alimentación de copolímero de propileno. Cuando la cantidad del al menos un peroxidicarbonato añadido al copolímero de propileno es inferior a 500 ppm, no se observa ningún efecto sustancial sobre el RE, mientras que cuando la cantidad del al menos un peroxidicarbonato orgánico añadido al copolímero de propileno es superior a 50000 ppm, se observan reacciones secundarias de formación y decoloración excesivas. Por ejemplo, cuando la extrusión se realiza en una extrusora, el método, según una o más realizaciones, puede comprender además alimentar el copolímero de propileno y la composición a la extrusora de modo que se obtiene una relación predeterminada entre la al menos una alimentación de peroxidicarbonato y la alimentación de

copolímero de propileno (por ejemplo de 1500 ppm a 30000 ppm, por ejemplo de 2500 ppm a 25000 ppm, o por ejemplo de 5000 ppm a 20000 ppm).

Según una o más realizaciones, la composición se puede añadir al copolímero de propileno de tal manera que la cantidad de la composición con respecto a la cantidad de copolímero de propileno alcance un valor predeterminado. Por ejemplo, la composición se puede agregar al polipropileno de manera que la cantidad de la composición agregada al copolímero de propileno varíe de 550 ppm a 52000 ppm con respecto a la cantidad del copolímero de propileno, donde las ppm de la composición, en la presente descripción y en las siguientes reivindicaciones, indica mg de alimentación de composición/kg de la alimentación de copolímero de propileno. Por ejemplo, cuando la extrusión se realiza en una extrusora, el método, de acuerdo con una o más realizaciones, puede comprender además alimentar el copolímero de propileno y la composición a la extrusora de modo que se obtiene una relación predeterminada entre la alimentación de composición y la alimentación del copolímero de propileno (por ejemplo, de 1650 ppm a 31500 ppm, por ejemplo de 2650 ppm a 26250 ppm, o por ejemplo de 5200 a 21000 ppm).

Según una o más realizaciones, la composición se puede añadir al copolímero de propileno antes de la extrusión. Según una o más realizaciones, la composición se puede añadir al copolímero de propileno durante la extrusión.

Según una o más realizaciones, el método comprende extruir un copolímero de propileno fundido en presencia de una composición que comprende esencialmente, por ejemplo que consiste en, al menos un peroxidicarbonato, por ejemplo cualquiera de los peroxidicarbonatos ejemplares mencionados a continuación, y al menos un peróxido orgánico, por ejemplo, cualquiera de los ejemplos de peróxidos orgánicos mencionados a continuación.

Según una o más realizaciones, la composición comprende del 0,1% al 80% en peso de al menos un peroxidicarbonato, por ejemplo cualquiera de los peroxidicarbonatos ejemplares mencionados a continuación, y del 20% al 99% en peso de al menos un peróxido orgánico, por ejemplo cualquiera de los peróxidos orgánicos ejemplares mencionados a continuación.

Según una o más realizaciones, el al menos un peroxidicarbonato y/o el al menos un peróxido orgánico contienen un porcentaje predeterminado en peso de oxígeno activo con

respecto al peso total de peroxidicarbonato(s) y con respecto al peso total de. peróxido(s) orgánico(s), respectivamente.

El oxígeno activo es la cantidad de oxígeno contenida en una molécula de peróxido orgánico que está disponible para formar radicales libres. Este se presenta como el porcentaje en peso de uno de los oxígenos elementales contenidos en el grupo peroxi. Uno de los átomos de oxígeno de cada grupo de peróxido se considera activo. En la presente descripción y en las siguientes reivindicaciones, el oxígeno activo (A[O]) en al menos un peróxido orgánico/en al menos un peroxidicarbonato se usa para indicar la cantidad de oxígeno contenida en una molécula de peróxido orgánico/peroxidicarbonato que es el máximo teóricamente disponible para formar radicales libres. Este valor se calcula a partir del número de oxígeno activo basado en la estructura o estructuras químicas de los peróxidos orgánicos/peroxidicarbonatos en la mezcla, es decir:

$$A[O](\% \text{ en peso}) = 16p/m \times 100,$$

dónde

p es el número de grupos peróxido en la molécula, y
m es la masa molecular del peróxido/peroxidicarbonato orgánico.

Según una o más realizaciones, la composición comprende esencialmente al menos un peroxidicarbonato, al menos un peróxido orgánico y uno o más componentes adicionales, como por ejemplo diluyentes. Además, cuando el al menos un peroxidicarbonato y el al menos un peróxido orgánico se proporcionan en tal forma, m es la masa molecular del peróxido/peroxidicarbonato orgánico, es decir, sin los componentes adicionales.

Según una o más realizaciones, el al menos un peroxidicarbonato contiene hasta un 11% en peso de oxígeno activo con respecto al peso total del (los) peroxidicarbonato(s).

Por ejemplo, el al menos un peroxidicarbonato puede contener de 2,0% a 5,0%, por ejemplo de 2,3% a 5,0%, por ejemplo de 2,5% a 5,0%, por ejemplo de 2,3% a 4,5%, por ejemplo de 2,6% a 4,0% en peso de oxígeno activo con respecto al peso total de peroxidicarbonato(s) orgánico(s).

Según una o más realizaciones, el al menos un peroxidicarbonato puede tener la fórmula $R_1-OC(O)OOC(O)O-R_2$, en la que R_1 y R_2 se seleccionan independientemente del grupo que comprende CH_3 , C_2H_5 , C_3H_7 , C_4H_9 , C_5H_{11} , C_6H_{13} , C_7H_{15} , C_8H_{17} , $C_{10}H_{21}$, $C_{12}H_{25}$, $C_{14}H_{29}$, $C_{18}H_{37}$, $C_2H_5CH(CH_3)$, $c-C_6H_{11}CH_2$, $CH_3CH(OCH_3)$, $C_6H_5OCH_2CH_2$, $C_6H_5CH_2$, Z-

C₈H₁₇CH=CH(CH₂)₈, (CH₃)₂CHCH₂CH(CH₃), [C₂H₅OC(O)]₂CH(CH₃), 2-oxo-1,3-dioxolan-4-CH₂, i-C₄H₉, H₂C=CHC(O)OCH₂CH₂, C₄H₉CH(C₂H₅)CH₂, H₂C=CHCH₂, H₂C=C(CH₃)CH₂, c-C₆H₁₁, 4-[C₆H₅-N=N]-C₆H₄CH₂, C₁₆H₃₃, CH₃OCH₂CH₂, H₂C=C(CH₃), C₂H₅OCH₂CH₂, H₂C=CH, i-C₃H₇, c-C₁₂H₂₃, CH₃OCH₂CH₂, C₆H₁₃CH(CH₃),
 5 (CH₃)C(CH₃)₂CH₂CH₂, C₃H₇OCH₂CH₂, CH₃OCH₂CH(CH₃), 2-i-C₃H₇-5-CH₃-c-C₆H₉, C₄H₉OCH₂CH₂, t-C₄H₉, y (CH₃)₃CCH₂, donde i = iso, t = terciario, Z = cis y c = cíclico.

Opcionalmente, se puede usar una combinación de peroxidicarbonatos.

Según una o más realizaciones, el al menos un peroxidicarbonato puede seleccionarse del grupo que comprende peroxidicarbonato de dicetilo, peroxidicarbonato de bis(4-terc-butilciclohexilo), peroxidicarbonato de dimiristilo y combinaciones de los mismos.
 10

Según una o más realizaciones, el al menos un peróxido orgánico contiene al menos 5%, por ejemplo más del 8%, en peso de oxígeno activo con respecto al peso total de peróxido(s) orgánico(s). Por ejemplo, el al menos un peróxido orgánico puede contener de 8% a 23%, por ejemplo de 8% a 22%, por ejemplo de 8% a 21%, por ejemplo de 9% a 22%,
 15 por ejemplo de 9% al 21%, por ejemplo del 9% al 20%, por ejemplo del 9% al 15%, en peso de oxígeno activo con respecto al peso total de peróxido(s) orgánico(s).

Según una o más realizaciones, el al menos un peróxido orgánico es diferente del al menos un peroxidicarbonato.

Según una o más realizaciones, el al menos un peróxido orgánico comprende al menos un peróxido de dialquilo.
 20

Según una o más realizaciones, el al menos un peróxido orgánico se selecciona del grupo que comprende 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi)hexano, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)hexin-3, peróxido de di(terc-butilo), peróxido de di(terc-amilo); peróxido de terc-butil cumilo, di(terc-butilperoxi-isopropil)-benceno, peróxido de dicumilo, 3,6,9-trietil-3,6,9-trimetil-1,4,7-triperoxonano, 3,6,9-trimetil-3,6,9-tris(etilo y/o propil)-1,4,7-triperoxonano,
 25 3,3,5,7,7-pentametil-1,2,4-trioxepano, 1,2,4-trioxacicloheptanos sustituidos y combinaciones de los mismos.

Según una o más realizaciones, el al menos un peróxido orgánico se selecciona del grupo que comprende 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi) hexano, 3,6,9-trietil-3,6,9-trimetil-1,4,7-triperoxonano, 3,6,9-trimetil-3,6,9-tris(etilo y/o propil)-1,4,7-triperoxonano, peróxido de di(terc-butilo) y combinaciones de los mismos.
 30

Según una o más realizaciones, la composición que comprende esencialmente al menos un peroxidicarbonato y al menos un peróxido orgánico puede comprender además estabilizadores, captadores de ácidos, agentes nucleantes, agentes antiestáticos, agentes deslizantes, agentes antibloqueo y/o agentes desmoldantes.

5 Según una o más realizaciones, el método comprende extruir un copolímero de propileno fundido en presencia de una composición que comprende esencialmente, por ejemplo que consta de, al menos un peroxidicarbonato y al menos un peróxido orgánico y al menos un estabilizador opcional.

10 Según una o más realizaciones, la composición se puede preparar añadiendo al menos un peroxidicarbonato a al menos un peróxido orgánico o viceversa. Por ejemplo, cuando se usa más de un peroxidicarbonato, primero se pueden combinar juntos una pluralidad de peroxidicarbonatos y luego añadirlos a al menos un peróxido orgánico. Cuando se usa más de un peróxido orgánico, se pueden combinar primero una pluralidad de peróxidos orgánicos antes de agregar el (los) peroxidicarbonato(s).

15 Según una o más realizaciones, la extrusión se puede realizar en presencia de uno o más aditivos poliméricos. Los aditivos ejemplares pueden comprender, por ejemplo, rellenos, antioxidantes, fungicidas, bactericidas, agentes reforzantes, agentes antiestáticos, estabilizadores térmicos, estabilizadores UV, mejoradores del flujo, colorantes y otros aditivos o coadyuvantes de procesamiento conocidos por los expertos en la técnica.

20 Según una o más realizaciones, la extrusión se puede realizar en una extrusora en condiciones de extrusión predeterminadas adecuadas para extruir un copolímero de propileno, tal como, por ejemplo a una temperatura de extrusión predeterminada y a una presión de extrusión predeterminada. Con referencia a una extrusora, a menos que se indique lo contrario, en la presente descripción y en las siguientes reivindicaciones las temperaturas y presiones de extrusión ejemplares están destinadas a indicar las temperaturas y presiones del cilindro.

25 Dependiendo del polímero MFR, el rendimiento de la extrusora y el diseño del tornillo, la extrusión se puede realizar, por ejemplo, a una temperatura de extrusión de 150°C a 300°C, por ejemplo de 160°C a 250°C, por ejemplo de 170°C a 240°C y, por ejemplo de 30 180°C a 220°C.

Según una o más realizaciones, las condiciones de extrusión pueden variar a lo largo de la longitud de la extrusora. Por ejemplo, la temperatura de extrusión puede aumentar o

disminuir a lo largo de al menos una parte de una trayectoria de extrusión, que puede extenderse a lo largo de diferentes zonas de extrusión.

Según una o más realizaciones, en cada zona de la extrusora la temperatura puede establecerse dentro de un rango de temperatura predeterminado.

5 Según una o más realizaciones, la extrusora puede comprender, en el orden, una zona de alimentación, una zona de transporte de sólidos, una zona de compresión de sólidos, una zona de fusión, una zona de transporte de masa fundida, al menos una zona de descompresión, una zona de compresión de masa fundida y una zona de troquel. La zona de alimentación alimenta el polvo o gránulos de copolímero de propileno en la extrusora y puede mantenerse
10 a una temperatura predeterminada para evitar que el polvo o gránulos de copolímero de propileno se vuelva pegajoso o se derrita y para asegurar que el peróxido no comience a reaccionar. La zona de transporte de sólidos transporta el polvo o gránulos de copolímero de propileno hacia la zona de compresión. La zona de compresión sólida presuriza el polvo o gránulos de copolímero de propileno, mientras que la mayor parte del copolímero de propileno se funde en la zona de fusión, y la zona de transporte de masa fundida funde las
15 últimas partículas de copolímero de propileno y se mezclan a una temperatura y composición uniformes. La al menos una zona de descompresión permite descomprimir el copolímero de propileno fundido. La zona de compresión de la masa fundida presuriza la masa fundida de copolímero de propileno, y la zona de la matriz forma el copolímero de propileno fundido en
20 la forma deseada para su recogida.

Según una o más realizaciones, la extrusora también puede comprender una zona de fusión adicional y/o una zona de compresión adicional dispuesta aguas abajo de la al menos una zona de descompresión y una zona de transporte de masa fundida adicional dispuesta aguas abajo de la zona de fusión adicional. La zona de compresión adicional puede servir
25 para volver a presurizar la masa fundida para que la masa fundida atraviese la resistencia de los tamices y la matriz, y la zona de transporte de masa fundida adicional puede servir para mezclar más a una temperatura y composición uniformes.

Según una o más realizaciones, la extrusora puede comprender dos zonas de descompresión. Las dos zonas de descompresión pueden estar separadas por una zona de mezcla o pueden ser zonas de descompresión inmediatamente adyacentes.
30

Según una o más realizaciones, la extrusión se realiza a una temperatura de 30°C a 200°C, por ejemplo de 30°C a 50°C, en la zona de alimentación de la extrusora.

- Según una o más realizaciones, la extrusión se realiza a una temperatura de 160°C a 220°C en la zona de transporte de sólidos de la extrusora.
- Según una o más realizaciones, la extrusión se realiza a una temperatura de 180°C a 240°C en la zona de compresión sólida de la extrusora.
- 5 Según una o más realizaciones, la extrusión se realiza a una temperatura de 210°C a 280°C en la zona de fusión de la extrusora.
- Según una o más realizaciones, la extrusión se realiza a una temperatura de 210°C a 260°C en la zona de transporte de masa fundida de la extrusora.
- 10 Según una o más realizaciones, la extrusión se realiza a una temperatura de 210°C a 260°C en la zona de descompresión de la extrusora.
- Según una o más realizaciones, la extrusión se realiza a una temperatura de 180°C a 260°C en la zona de compresión de la masa fundida de la extrusora.
- Según una o más realizaciones, la extrusión se realiza a una temperatura de 180°C a 280°C en la zona de la matriz de la extrusora.
- 15 Según una o más realizaciones, el perfil de temperatura a lo largo de la extrusora puede comprender una combinación de uno o más de estos rangos de temperaturas ejemplares en las diferentes zonas de la extrusora.
- Según una o más realizaciones, las condiciones de extrusión pueden comprender, por ejemplo, una temperatura de la zona de alimentación de 30°C a 200°C, por ejemplo de 30°C a 50°C, una zona de transporte de sólidos de 180°C a 220°C, una zona de compresión sólida de 180°C a 220°C, una temperatura de la zona de fusión de 210°C a 280°C, una zona de transporte de masa fundida de 210°C a 260°C, una zona de descompresión una temperatura de 210°C a 260°C, una temperatura de la zona de compresión de la masa fundida de 210°C a 260°C, y una temperatura de la zona de la matriz de 180°C a 280°C.
- 20
- 25 Según una o más realizaciones, las condiciones de extrusión pueden variar antes y después de la introducción de la composición en la extrusora. Por ejemplo, las condiciones de extrusión pueden comprender un primer perfil de temperatura antes de la introducción de la composición en la extrusora y un segundo perfil de temperatura diferente después de la introducción de la composición en la extrusora. Por ejemplo, ambos perfiles pueden tener cualquiera de los valores ejemplares definidos anteriormente. Independientemente de o en combinación con una posible variación de la temperatura a lo largo de la extrusora, también
- 30

la presión de extrusión puede variar a lo largo de la longitud de la extrusora. Por ejemplo, las condiciones de extrusión pueden comprender una presión de la zona de alimentación de 1 bar (presión atmosférica) y una zona de compresión de la masa fundida de 30 bar a 150 bar. Las zonas restantes pueden tener presiones intermedias a las presiones ejemplares de la zona de alimentación y de la zona de compresión de la masa fundida.

Las condiciones de extrusión pueden comprender además un mezclado intensivo en la extrusora. De acuerdo con una o más realizaciones, se puede obtener una mezcla suficiente ajustando la velocidad circunferencial del tornillo de la extrusora dentro del rango de 2 m/s a 6 m/s.

Según una o más realizaciones, la al menos una zona de descompresión puede comprender una zona de ventilación, por ejemplo que incluye al menos un puerto de ventilación o una pluralidad de puertos de ventilación. La al menos una zona de descompresión puede, por ejemplo, estar dispuesta aproximadamente dos tercios por debajo del tornillo de la extrusora. La zona de descompresión permite que los gases, como los volátiles, escapen del polipropileno fundido a través de la zona de ventilación, por ejemplo a través de uno o más puertos de ventilación previstos en la zona de ventilación.

Sin embargo, se puede obtener un copolímero de propileno de alta calidad como se describió anteriormente, incluso sin ventilar la extrusora a través de puertos de ventilación o vacío y sin establecer un vacío predeterminado en una zona de ventilación de la extrusora.

Según una o más realizaciones, el copolímero de propileno puede seleccionarse del grupo que comprende copolímeros de propileno con otras olefinas tales como isómeros de etileno, 1-buteno, 2-buteno y penteno, y por ejemplo copolímeros de propileno con etileno.

Según una o más realizaciones, el copolímero de propileno puede ser un copolímero de propileno aleatorio, un copolímero de propileno de impacto, un terpolímero de propileno y combinaciones de los mismos. Los copolímeros de propileno aleatorios, también conocidos como copolímeros de propileno estadísticos, son polímeros en los que el propileno y el (los) comonomero(s) se distribuyen aleatoriamente a lo largo de la cadena polimérica en proporciones correspondientes a la proporción de alimentación del propileno al (a los) comonomero(s). Los copolímeros de impacto, también conocidos como copolímeros heterofásicos, comprenden una matriz de homopolímero o copolímero de propileno en la que se dispersa un copolímero de propileno. Por ejemplo, los copolímeros heterofásicos pueden contener hasta 40% en peso de caucho de etileno-propileno (EPR), íntimamente disperso

dentro de una matriz, por ejemplo hecha de un homopolímero. Los terpolímeros de propileno pueden comprender copolímeros de propileno con etileno y otra olefina.

Los copolímeros aleatorios y los copolímeros de impacto se pueden fabricar mediante cualquier proceso conocido.

5 Según una o más realizaciones, el copolímero de propileno, antes de ser modificado con cualquiera de las realizaciones de la composición, puede tener un MFR inicial, medido según ISO 1133 con una carga de 2,16 kg a 230°C, de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 100 g/10 min, por ejemplo de 0,2 a 50 g/10 min, por ejemplo de 0,2 a 20 g/10 min.

10 En la siguiente descripción y reivindicaciones, si no se indica lo contrario, el MFR es un MFR medido de acuerdo con ISO 1133 con una carga de 2,16 kg a 230°C.

Según una o más realizaciones, el copolímero de propileno, después de la modificación con cualquiera de las realizaciones de la composición, puede tener un MFR final de hasta un 5000% más alta que el MFR inicial. Según una o más realizaciones, el MFR
15 final puede ser de 50 a 2000 g/10 min, por ejemplo de 20 a 100 g/10 min, o por ejemplo de 5 a 30 g/10 min.

Según una o más realizaciones, el polvo o gránulos de copolímero de propileno y la composición se pueden alimentar a la extrusora, que puede ser, por ejemplo, una extrusora de uno o dos tornillos, por separado o en combinación.

20 Cuando se alimentan en combinación, el polvo o gránulos de copolímero de propileno y la composición se pueden premezclar opcionalmente, por ejemplo, a una temperatura de 30°C a 40°C.

El polvo o gránulos de copolímero de propileno y la composición se pueden alimentar por separado en la extrusora a velocidades de alimentación predeterminadas. Por ejemplo, la
25 velocidad de alimentación del copolímero de propileno puede establecerse dentro del rango de 2 a 500 kg/h para extrusoras de laboratorio y dentro del rango de 5 a 100 toneladas/h para extrusoras industriales, y la velocidad de alimentación de la composición puede ser ajustada para obtener un sedimento final que tiene un MFR deseado.

Según una o más realizaciones, la composición, cuando se alimenta por separado del
30 copolímero de propileno, se puede añadir a la extrusora de manera continua o discontinua,

paso a paso o gradualmente. Por ejemplo, la composición se puede añadir a la extrusora según una frecuencia predeterminada.

Según una o más realizaciones, las temperaturas de las diferentes zonas de la extrusora, que pueden tener los rangos de temperaturas ejemplares antes mencionados en un estado estacionario, pueden establecerse en valores más bajos, antes de que se introduzca la composición. Por ejemplo, las temperaturas de las diferentes zonas de la extrusora pueden establecerse dentro de intervalos de temperaturas que son al menos 10°C-20°C más bajas que las correspondientes temperaturas de extrusión en estado estacionario. Sin embargo, la composición también puede introducirse después de que las temperaturas de las diferentes zonas de la extrusora hayan alcanzado los intervalos de temperatura del estado estacionario.

Según una o más realizaciones, la velocidad de alimentación de la composición en la extrusora puede aumentarse gradualmente hasta un valor predeterminado, que puede cambiar en función del MFR final deseado del gránulo. El MFR final puede medirse por medio de un reómetro en línea, por ejemplo montado en la zona de la matriz de la extrusora.

Antes de aumentar la velocidad de alimentación de la composición en la extrusora a un valor de estado estacionario, las temperaturas del cilindro y la matriz pueden mantenerse a las mismas temperaturas establecidas antes de que se introduzca la composición o pueden reducirse aún más, por ejemplo, por 10°C-20°C.

Según una o más realizaciones, el método puede comprender además la introducción de agua en la extrusora. De esta manera, se puede obtener una desactivación uniforme mejorada de cualquier sitio de catalizador activo.

Según otro aspecto de la misma, la presente descripción se refiere a una composición de copolímero de propileno obtenida mediante una o más de las realizaciones del método definido anteriormente.

La composición de copolímero de propileno puede usarse para preparar diferentes aplicaciones de productos, tales como, por ejemplo, aplicaciones de espumado, espumado por inyección, espumado por extrusión, termoformado, recubrimiento por extrusión o moldeo por soplado.

Según otro aspecto de la misma, la presente divulgación se refiere al uso de una composición que comprende esencialmente al menos un peroxidicarbonato y al menos un peróxido orgánico para controlar el YI en un copolímero de propileno en condiciones de extrusión.

Por ejemplo, en el uso mencionado anteriormente, la composición puede usarse en una extrusora bajo una o más de las condiciones de extrusión definidas anteriormente con referencia al método. La composición y el copolímero de propileno pueden ser cualquiera de las composiciones y copolímeros de propileno ejemplares descritos anteriormente.

5 Según otro aspecto del mismo, la presente divulgación se refiere a un copolímero de propileno ramificado que tiene un MFR de al menos 20,0 g/10 min, un ER de al menos 1,2 dyn/cm² y un YI inferior a 6,5, por ejemplo inferior a 6,2.

 Según una o más realizaciones, el MFR puede ser de al menos 20,0 g/10 min, el ER puede ser de al menos 1,5 dyn/cm², por ejemplo de al menos 1,5 dyn/cm², y el YI puede ser inferior a 6,2, por ejemplo inferior a 6,0.

10

 Según una o más realizaciones, el MFR es de al menos 20,0 g/10 min y el ER es mayor de 2 dyn/cm². En cualquiera de estas realizaciones, el YI puede ser, por ejemplo, inferior a 7, por ejemplo inferior a 6,5, o por ejemplo inferior a 6,0.

 Según una o más realizaciones, el copolímero de propileno ramificado puede ser cualquiera de los copolímeros ejemplares mencionados anteriormente.

15

Otras realizaciones se definen en las reivindicaciones dependientes.

DESCRIPCIÓN DE REALIZACIONES

Los siguientes ejemplos de métodos para producir un copolímero de propileno se dan con fines ilustrativos pero no limitativos.

20 Los ejemplos muestran la combinación mejorada de propiedades de los copolímeros de propileno producidos mediante métodos de acuerdo con las realizaciones de la presente divulgación.

 Los ejemplos también muestran la combinación mejorada de propiedades de los copolímeros de propileno producidos por métodos de acuerdo con las realizaciones de la presente divulgación, en comparación con los métodos convencionales que usan solo peróxido orgánico y los métodos convencionales que usan solo peroxidicarbonato. Los ejemplos muestran MFR y ER altos y un YI bajo en copolímeros de propileno producidos de acuerdo con las realizaciones del método de la presente divulgación.

25

 En los siguientes ejemplos, se describirán composiciones para producir un copolímero de propileno de impacto en condiciones de extrusión. Sin embargo, se pueden producir

30

diferentes copolímeros de propileno de estos copolímeros ejemplares mediante el método de la presente divulgación. Además, se describirán composiciones que comprenden un peróxido orgánico y un peroxidicarbonato. Sin embargo, se pueden usar una pluralidad de peróxidos orgánicos y/o una pluralidad de peroxidicarbonatos de acuerdo con una o más realizaciones del método de la presente divulgación. Además, también pueden usarse estabilizadores y/o aditivos adicionales de acuerdo con una o más realizaciones del método de la presente divulgación.

Cada composición ejemplar a una concentración predeterminada se alimentó con gránulos de copolímero ejemplar a través de una tolva, directamente a una extrusora que comprendía un puerto de ventilación. Sin embargo, como se muestra en los ejemplos, la ventilación es opcional y no es esencial para obtener la combinación mejorada de propiedades de los copolímeros de propileno. Junto con la composición y los gránulos de copolímeros de propileno, cualquier estabilizador y/o aditivo adicional también se puede alimentar a través de la tolva al extrusor.

El copolímero de propileno ejemplar y la composición se extruyeron en la extrusora a una temperatura de extrusión que se varió a lo largo de la longitud de la extrusora. En particular, la temperatura de extrusión se ajustó a 180°C en la zona de alimentación de la extrusora y se incrementó hasta 200°C en la zona de la matriz de la extrusora.

El copolímero de propileno y la composición se mezclaron mediante el tornillo de la extrusora. Durante el transporte del copolímero de propileno a través de la extrusora, se produjo la degradación del copolímero de propileno. Los compuestos volátiles se eliminaron durante la extrusión ventilando la extrusora aplicando presión inferior a la atmosférica.

Como se muestra a continuación, el método de acuerdo con las realizaciones de la presente divulgación dio como resultado gránulos de copolímero de propileno finales que tenían MFR y ER altos y YI bajo.

Se utilizaron los siguientes métodos para determinar las propiedades indicadas en los ejemplos, y en cualquiera de las realizaciones de la presente divulgación que hace referencia a estas propiedades.

El índice de fluidez (MFR) es el MFR medido de acuerdo con ISO 1133 con una carga de 2,16 kg a 230°C.

El contenido de C2 se mide en base a la espectroscopia infrarroja por transformación de Fourier (FTIR) calibrada con ¹³C-NMR, utilizando el instrumento Bruker Tensor 27 con software Bruker OPUS.

La formación de color durante la producción del copolímero de propileno se determina mediante el índice de amarilleamiento (YI) de los gránulos de copolímero de propileno. Para determinar el índice de amarillez, se realiza una determinación de color según ASTM D6290 con un espectrofotómetro del Grupo I, el LabScan XE de Hunterlab, con una disposición D65/10° de Iluminante/Observador. Una copa de muestra se llena hasta la parte superior con gránulos, se coloca en el puerto del sensor y se cubre con una tapa opaca y que excluye la luz. La medición proporciona los valores Triestímulo X, Y y Z. El cálculo del Índice de Amarillez se realiza de acuerdo con ASTM E313 mediante la siguiente ecuación: $YI = 100 (C_x X - C_z Z) / Y$, donde se seleccionan los coeficientes C_x y C_z de acuerdo con la configuración de Iluminante y Observador utilizados para la medición de los valores de Tristímulo. Para el Iluminante D65 y el Observador 10°, C_x es 1,3013 y C_z es 1,1498.

El índice de polidispersidad (PI) y el índice de elasticidad (ER) se determinan por reología usando una prueba de cizallamiento oscilatorio dinámico, p. ej. Barrido de frecuencia oscilatoria dinámica (DORS). Una muestra en forma de disco moldeado por compresión se carga entre una geometría paralela de placa a placa. Las mediciones se realizan a 210°C en un rango de frecuencia entre 0,1 rad/sy 400 rad/s. El índice de polidispersidad (PI), que es una medida de la distribución del peso molecular, se calcula de acuerdo con la siguiente ecuación: $PI = 10^5 Pa / G_c$, donde G_c es el módulo de cruce obtenido de la medición de cizallamiento oscilatorio dinámico (donde el módulo de almacenamiento dinámico G' = módulo de pérdida dinámica G'' en la frecuencia de cruce). El ER se define como $1,781 * 10^{-3} * G'$ (a $G'' = 500 Pa$).

El módulo de tracción se mide de acuerdo con ISO 527-2 (velocidad de la cruceta = 50 mm/min, 23°C) utilizando una muestra de prueba moldeada por inyección como se describe en ISO 1873-2.

La temperatura de fusión (T_m) y la temperatura de cristalización (T_c) se determinan mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC): la velocidad de calentamiento y enfriamiento es de 10°C/min, la rampa de temperatura de 25°C a 200°C, de 200°C a 25°C y 25°C a 200°C incluyendo 5 min de recocido isoterma a 200°C y 25°C. Las propiedades térmicas se leen en el termograma obtenido en la última rampa de temperatura.

La resistencia al impacto con muescas de Charpy se determina de acuerdo con ISO 179 / 1eA a 23°C, 0°C, -20°C, y -30°C utilizando una muestra de prueba moldeada por inyección como se describe en ISO 1873-2.

Ejemplos 1-4

5 Los ejemplos 1-4 muestran la combinación mejorada de propiedades de un copolímero de propileno producido por un método de acuerdo con las realizaciones de la presente divulgación en comparación con un copolímero de propileno correspondiente producido por un método convencional que no usa peróxidos en absoluto, un copolímero de propileno producido por un método convencional usando solo peróxido orgánico, y con un método
10 convencional usando solo peroxidicarbonato.

El polímero utilizado en los Ejemplos 1-4 fue ICP-1, un copolímero de propileno heterofásico comercial producido en una planta Novolen en forma de gránulos con un MFR de 9.2 g/10min, que contiene un paquete de aditivos que consta de 450 ppm de tris(2,4-di-
15 terc-butilfenil)fosfito, 450 ppm de pentaeritritol tetraquis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato), 800 ppm de estearato de calcio y 3500 ppm de talco.

El ejemplo 1 es un ejemplo de control, en el que el polipropileno no se trató con ninguna composición.

El peróxido orgánico usado en el Ejemplo comparativo 2 y en el Ejemplo 4 fue 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)hexano. El 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)hexano
20 contiene 11,02% en peso de oxígeno activo con respecto al peso total de peróxido orgánico y tiene una vida media en clorobenceno de 1 hora a una temperatura de 134°C como se describe en el folleto de *Akzo Nobel Iniciadores de alto polímero, 2161 BTB Communications, edición de junio de 2006*. Para la preparación del Ejemplo comparativo 2 y el Ejemplo 4, se usó el 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)hexano de calidad Luperox 101PP20 de Arkema, que
25 contiene un 20% del 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)hexano en una resina portadora de PP.

El peroxidicarbonato usado en el Ejemplo comparativo 3 y en el Ejemplo 4 fue peroxidicarbonato de dicetilo. El peroxidicarbonato de dicetilo contiene 2,80% en peso de oxígeno activo con respecto al peso total de peroxidicarbonato, y tiene una vida media en
30 clorobenceno de 1 hora a una temperatura de 65°C, como se describe en el folleto de *Akzo Nobel Iniciadores de alto polímero, 2161BTB Communications, edición de junio de 2006*. Para la preparación del Ejemplo comparativo 3 y el Ejemplo 4 se usó el Perkadox 24L de

grado de peroxidicarbonato de dicetilo, disponible comercialmente de Akzo Nobel, que tiene una pureza del 91%.

El Ejemplo Comparativo 2 se realizó mediante extrusión reactiva del copolímero de propileno heterofásico del Ejemplo 1 con 2000 ppm de Luperox 101PP20 (que contenía 400 ppm de peróxido orgánico puro de Luperox 101).

El Ejemplo comparativo 3 se realizó mediante extrusión reactiva del copolímero de propileno heterofásico del Ejemplo 1 con 1% en peso de Perkadox P24L.

El Ejemplo 4 según una realización de la presente divulgación se realizó mediante extrusión reactiva del copolímero de propileno heterofásico usado en el Ejemplo 1 con 2000 ppm de Luperox 101PP20 (que contenía 400 ppm de peróxido orgánico puro de Luperox 101) y 1% en peso de Perkadox P24L.

Todos los Ejemplos 1-4 se realizaron en las mismas condiciones, como se detalla a continuación.

En todos los ejemplos, los gránulos de copolímero de propileno y una composición respectiva, cuando estaban presentes, se alimentaron en la tolva de una extrusora de doble husillo de Brabender con un L/D (longitud de extrusora/diámetro de husillo) de 20 y provista de un puerto de ventilación en una zona de descompresión de la extrusora.

La velocidad de alimentación de los gránulos de polipropileno fue de 3 kg/h. Los compuestos volátiles se eliminaron durante la extrusión aplicando presión inferior a la atmosférica (vacío) en el puerto de ventilación. El vacío aplicado en el puerto de ventilación se fijó en 400 mbar.

La temperatura de extrusión se ajustó a 180°C en la zona de alimentación de la extrusora y se incrementó hasta 200°C en la zona de la matriz de la extrusora.

La Tabla 1 muestra datos detallados de la evaluación usando como copolímero el ICP-1 mencionado anteriormente.

Tabla 1

	1 (control)	2 (comparativo)	3 (comparativo)	4 (divulgación)
Copolímero	ICP-1	ICP-1	ICP-1	ICP-1
Composición	-	400 ppm Luperox 101	1% en peso de P24L	400 ppm Luperox 101 + 1% en peso de P24L
MFR 2.16 [g/10 min]	9,2	26,2	8,5	22,2
Contenido de C2 [% en peso]	10,1	10,1	10,5	10,4
YI [-]	4,1	4,8	8,1	5,9
PI [-]	2,6	2,5	3,0	2,6
ER [dyn/cm ²]	1,1	0,9	2,6	2,6
Módulo de tracción [MPa]	1044	1031	1075	1061
T _m [°C]	165	164	165	164
T _c [°C]	122	122	126	125
Charpy N 23° C [kJ/m ²]	55,7	48,7	59,7	52,2
Charpy N 0° C [kJ/m ²]	9,9	9,2	14,6	11,5
Charpy N -20° C [kJ/m ²]	6,7	5,9	8,6	6,8
Charpy N -30° C [kJ/m ²]	5,7	5,4	7,9	6,3

El MFR, y por tanto la fluidez, del copolímero de propileno aumentó a 22,2 g/10 min después de la extrusión reactiva del copolímero de propileno heterofásico que tiene un valor de MFR inicial de 9,2 g/10 min, un índice de amarilleo inicial de 4,1 y una relación de

elasticidad inicial de 1,1 din/cm², mediante la realización de un método de acuerdo con las realizaciones de la presente divulgación, a saber utilizando una mezcla de peróxido orgánico y peroxidicarbonato como en el Ejemplo 4. Además, la relación de elasticidad y, por tanto, la resistencia en estado fundido del copolímero de propileno aumentó a 2,6 dinas/cm². Sin embargo, la formación de color fue mucho menor de lo esperado. De hecho, el valor del índice de amarillez del ejemplo 4 indica solo un ligero aumento en comparación con el índice de amarilleo del ejemplo 2, mientras que un experto en la técnica esperaría que el índice de amarilleo del ejemplo 4 fuera al menos tan alto como después de la reacción del copolímero de propileno usado en el Ejemplo 1 con el peroxidicarbonato solo, como en el Ejemplo 3. Esta menor formación de color del Ejemplo 4 muestra un rendimiento mejorado del método según la presente divulgación.

Si bien el método se ha descrito con respecto a un número limitado de realizaciones, los expertos en la técnica que se benefician de esta divulgación apreciarán que pueden idearse otras realizaciones que no se aparten del alcance de la invención como se describe en este documento. Por consiguiente, el alcance de la invención debería estar limitado únicamente por las reivindicaciones adjuntas.