

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 828 676**

51 Int. Cl.:

C08K 13/02	(2006.01) C08L 67/02	(2006.01)
C08K 7/28	(2006.01) C08L 71/12	(2006.01)
C08L 23/06	(2006.01) C08L 77/02	(2006.01)
C08L 23/12	(2006.01) C08L 77/06	(2006.01)
C08L 25/06	(2006.01) C08L 77/10	(2006.01)
C08L 27/06	(2006.01) C08L 81/04	(2006.01)
C08L 23/08	(2006.01)	
C08L 55/02	(2006.01)	
C08L 77/00	(2006.01)	
C08L 23/10	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.10.2014 PCT/CN2014/090028**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.05.2016 WO16065614**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.10.2014 E 14905017 (1)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.09.2020 EP 3212706**

54 Título: **Material compuesto termoplástico, procedimiento para preparar un material compuesto termoplástico y producto moldeado por inyección**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.05.2021

73 Titular/es:
**3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY
(100.0%)
3M Center, Post Office Box 33427
St. Paul, MN 55133-3427, US**

72 Inventor/es:
**HOU, JINGQIANG;
YALCIN, BARIS;
REN, PU;
ZHOU, YINJIE;
JIANG, XUCHU y
YU, XUETAO**

74 Agente/Representante:
DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 828 676 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

Material compuesto termoplástico, procedimiento para preparar un material compuesto termoplástico y producto moldeado por inyección

Campo técnico

Esta descripción se refiere al campo de preparación de materiales compuestos termoplásticos y, específicamente, se refiere a un material compuesto termoplástico, a un procedimiento para preparar un material compuesto termoplástico y a un producto moldeado por inyección.

Antecedentes

El documento US 2008/090235 se refiere a composiciones termoplásticas que contienen microesferas de vidrio y/o de cerámica y uno o más de una poliariléter sulfona, un policarbonato y una polieterimida.

En el documento EP 0 390 147 se describe una resina termoplástica polimerizada in situ que incorpora esferas de vidrio huecas, que se incorporan durante la polimerización de la resina, y un procedimiento para elaborar un concentrado de esferas de vidrio huecas dispersas en una resina termoplástica con una mínima fractura esférica al agregarse las esferas durante la polimerización de la resina.

En el documento CN102504528 se describe un material compuesto de nailon reforzado con fibras y lleno de microesferas de vidrio huecas y un procedimiento de preparación del mismo.

Resumen

Actualmente, en el campo de la preparación de materiales compuestos termoplásticos existe un problema técnico que ha de resolverse urgentemente y que consiste en que es difícil obtener un material compuesto termoplástico que tenga tanto una baja densidad como un gran módulo y una alta tenacidad (definida en la presente memoria como tener una gran resistencia a los impactos, como se mide según la norma ASTM D256) al mismo tiempo después de que la resina termoplástica se llene con microesferas de vidrio huecas de alta resistencia. Por lo tanto, es necesario desarrollar un material compuesto termoplástico novedoso que tenga una baja densidad, un gran módulo y una alta tenacidad y que sea capaz de ser modificado por microesferas de vidrio huecas.

Con el fin de abordar el problema descrito anteriormente, el inventor ha realizado estudios profundos y detallados. Un objeto de la presente descripción es proporcionar un procedimiento para preparar un material compuesto utilizando microesferas de vidrio huecas de alta resistencia y una fibra orgánica no celulósica para llenar una resina termoplástica, gracias al cual se puede preparar un material compuesto termoplástico con una baja densidad, un gran módulo y una alta tenacidad y, cuando se introduce una técnica de espumación supercrítica en el proceso de moldeo por inyección, la densidad del material compuesto puede reducirse aún más mientras que otras propiedades mecánicas del material se conservan. Este procedimiento es particularmente adecuado para la preparación y comercialización de materiales compuestos de poliolefina ligeros.

Según un aspecto, esta descripción proporciona un material compuesto termoplástico, que comprende 35-75 % en peso de una fibra termoplástica, 5-45 % en peso de una fibra orgánica no celulósica y 5-20 % en peso de microesferas de vidrio huecas, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico, en donde la resina termoplástica es una o más seleccionadas del polipropileno, el polietileno, el cloruro de polivinilo, el poliestireno, un copolímero de etilvinilacetato y un copolímero de acrilonitrilo-estireno-butadieno; y la fibra orgánica no celulósica es una o más seleccionadas de una fibra de nailon 66, una fibra de tereftalato de polietileno, una fibra de tereftalato de polipropileno, una fibra de sulfuro de polifenileno y una fibra de polietertercetona.

Según otro aspecto, esta descripción proporciona un procedimiento para preparar un material compuesto termoplástico como se describe en la presente memoria, que comprende los pasos de:

- (a) mezclar por fusión la resina termoplástica y las microesferas de vidrio huecas para obtener una mezcla fundida; y
- (b) mezclar e impregnar la fibra orgánica no celulósica con la mezcla fundida para obtener un material compuesto termoplástico que contiene la resina termoplástica, las microesferas de vidrio huecas y la fibra orgánica no celulósica.

Según un aspecto adicional, esta descripción proporciona un producto moldeado por inyección que comprende el material compuesto termoplástico descrito anteriormente que se ha sometido a un moldeo por inyección.

Según un aspecto adicional, esta descripción proporciona un producto moldeado por inyección que comprende el material compuesto termoplástico descrito anteriormente que se ha sometido a un moldeo por inyección de espumación supercrítica.

En algunas realizaciones, las soluciones técnicas según esta descripción tienen una o más de las ventajas que (i) puede prepararse un material compuesto termoplástico con una baja densidad, un gran módulo y una alta

tenacidad y (ii), cuando se introduce una técnica de espumación supercrítica en el proceso de moldeo por inyección, la densidad del material compuesto puede reducirse aún más mientras que otras propiedades mecánicas del material se conservan sustancialmente.

5 Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una vista esquemática que muestra un aparato para realizar un procedimiento de preparación de un material compuesto termoplástico según una realización de la presente descripción.

10 Descripción detallada

La resina termoplástica llena con microesferas de vidrio huecas de alta resistencia puede mejorar el factor de contracción térmica, mejorar la rigidez de los materiales y reducir la densidad de los materiales, y ha comenzado a aplicarse en automóviles. Sin embargo, cuando se usa la resina termoplástica modificada por microesferas de vidrio huecas de alta resistencia, las propiedades mecánicas (por ejemplo, la resistencia al impacto, la elongación a la rotura y la resistencia a la tracción) de la resina termoplástica normalmente se verían reducidas debido a la introducción de microesferas de vidrio huecas de alta resistencia.

Material compuesto termoplástico

Los materiales compuestos termoplásticos descritos en la presente memoria comprenden 35-75 % en peso de una resina termoplástica, 5-45 % en peso de una fibra orgánica no celulósica y 5-20 % en peso de microesferas de vidrio huecas, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico.

El material compuesto termoplástico puede emplear una resina termoplástica como material base. La resina termoplástica es una resina termoplástica seleccionada de uno o más del polipropileno, el polietileno, el cloruro de polivinilo, el poliestireno, un copolímero de etilvinilacetato (EVA) y un copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS). El peso molecular de la resina termoplástica descrita anteriormente no está limitado de ninguna manera particular, siempre y cuando sea capaz de satisfacer los requisitos esenciales para la preparación de materiales termoplásticos. Por ejemplo, la resina termoplástica puede ser polipropileno. Entre los productos disponibles comercialmente de la resina termoplástica se incluyen PPK9026 y PPK8003 de Sinopec Limited, China; PP3800, PP3520 y PP3920 de SK Corporation, Corea del Sur; PP3015 de Formosa Chemicals&Fibre Corporation, Taiwán; y PPK2051 de Formosa Plastics Corporation, Taiwán. El contenido de la resina termoplástica es de 35-75 % en peso y puede ser, en algunas realizaciones, de 40-65 % en peso o incluso de 48-63 % en peso, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico.

De forma ventajosa, se agrega una fibra orgánica no celulósica al material compuesto termoplástico para aumentar el módulo y la tenacidad del material compuesto termoplástico. La fibra orgánica no celulósica es una o más seleccionadas de una fibra de nailon 66, una fibra de tereftalato de polietileno, una fibra de tereftalato de polipropileno, una fibra de sulfuro de polifenileno y una fibra de polieteretercetona. En algunas realizaciones, la fibra orgánica no celulósica es una fibra de nailon 66. El peso molecular de la fibra orgánica no celulósica descrita anteriormente no está limitado de ninguna manera particular, siempre y cuando sea capaz de satisfacer los requisitos esenciales para la preparación de materiales termoplásticos. Según algunas realizaciones de la presente descripción, la fibra orgánica no celulósica puede ser varias fibras orgánicas no celulósicas con un diámetro de 5-70 μm , de 8-50 μm o incluso de 15-20 μm . Entre los productos disponibles comercialmente de la fibra orgánica no celulósica se incluyen la fibra de PA (nailon) 66 T743 (de Invista China Co., Ltd.), que es una fibra de nailon 66 con un diámetro de 15-20 μm que no se ha sometido a una modificación superficial. El contenido de la fibra orgánica no celulósica es de 5-45 % en peso, y puede ser de 10-40 % en peso, de 15-35 % en peso o incluso de 15-30 % en peso, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico.

Según algunas realizaciones de la presente descripción, el pico de fusión superior (medido por calorimetría diferencial de barrido o DSC) de la fibra orgánica no celulósica debería ser 60 °C o más, 70 °C o más o incluso 80 °C o más por encima del de la resina termoplástica para lograr el objeto de la presente descripción con el fin de obtener un material compuesto termoplástico con un gran módulo, una alta tenacidad y una baja densidad.

Ventajosamente, se agregan microesferas de vidrio huecas al material compuesto termoplástico para reducir la densidad del material compuesto termoplástico. Las microesferas de vidrio huecas tienen un diámetro de partícula medio de 5-100 μm , de 5-80 μm o incluso de 10-50 μm . Además, las microesferas de vidrio huecas tienen una densidad de aproximadamente 0,3-0,8 g/cm³, de 0,3-0,7 g/cm³ o incluso de 0,4-0,6 g/cm³. Además, las microesferas de vidrio huecas tienen una resistencia a la compresión mayor que 37,9 MPa, en algunas realizaciones mayor que 48,3 MPa, en algunas realizaciones mayor que 55,2 MPa o en algunas realizaciones mayor que 70,0 MPa. Entre los productos disponibles comercialmente de las microesferas de vidrio huecas se incluyen IM16K de 3M Corporation, que tiene un diámetro de partícula medio de 20 μm , una densidad de 0,46 g/cm³ y una resistencia a la compresión de 113,8 MPa. El contenido de las microesferas de vidrio huecas es de 5-20 % en peso, y puede ser de 5-15 % en peso o incluso de 5-10 % en peso, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico. Cabe indicarse que cuando el material compuesto termoplástico comprende 15-30 % en peso de fibra orgánica no celulósica

y 5-10 % en peso de microesferas de vidrio huecas sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico, la tenacidad del material compuesto termoplástico resultante es excelente.

Además de los componentes descritos anteriormente, el material compuesto termoplástico comprende además otros componentes auxiliares utilizados para mejorar diversas propiedades del material compuesto termoplástico preparado. Los componentes auxiliares incluyen un relleno inorgánico utilizado para mejorar las propiedades mecánicas del material; un compatibilizador utilizado para mejorar la compatibilidad entre componentes respectivos en el compuesto; un aportador de tenacidad utilizado para mejorar la tenacidad del compuesto; o un antioxidante utilizado para mejorar las propiedades antioxidantes del compuesto. Por tanto, el material compuesto termoplástico también puede comprender uno o más de un relleno inorgánico, un compatibilizador, un aportador de tenacidad y un antioxidante.

El relleno inorgánico puede ser uno o más seleccionados de una fibra de vidrio, una fibra de carbono, una fibra de basalto, talco y montmorillonita.

El compatibilizador puede seleccionarse de los compatibilizadores de la técnica que se emplean normalmente para realizar la compatibilización en materiales compuestos. En algunas realizaciones, el compatibilizador es polipropileno injertado con anhídrido maleico. Entre los productos disponibles comercialmente del compatibilizador se incluyen el anhídrido maleico injertado con polipropileno de Shanghai Yuanyuan Polymer Co., Ltd.

El aportador de tenacidad se puede seleccionar de los aportadores de tenacidad de la técnica que se emplean normalmente para endurecer materiales compuestos. En algunas realizaciones, el aportador de tenacidad es polietileno y un elastómero de poliolefina. Entre los productos disponibles comercialmente del aportador de tenacidad se incluyen el polietileno de Sinopec Limited, China, y el elastómero de poliolefina de Dow Corporation.

El antioxidante no está limitado de ninguna manera particular, y se puede seleccionar de antioxidantes de la técnica que se emplean normalmente para elaborar materiales compuestos. En algunas realizaciones, el antioxidante es uno o más seleccionados del pentaeritritol tetraquis 3- (3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil) propionato y el tris (2,4-di-terc-butil) fosfito. Entre los productos disponibles comercialmente del antioxidante se incluyen el antioxidante 1010 (i.e., pentaeritritol tetraquis 3- (3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil) propionato) de BASF Corporation y el antioxidante 168 (i.e., tris (2,4-di-terc-butil) fosfito) de BASF Corporation.

Según algunas realizaciones de la presente descripción, el contenido del relleno inorgánico es de 0-15 % en peso, de 2-15 % en peso o incluso de 5-12 % en peso, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico. De acuerdo con algunas realizaciones de la presente descripción, el contenido del compatibilizador es de 5-20 % en peso, de 5-15 % en peso o incluso de 6-12 % en peso, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico. Según algunas realizaciones de la presente descripción, el contenido del aportador de tenacidad es de 0-15 % en peso, de 0-8 % en peso o incluso de 2-8 % en peso, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico. Según algunas realizaciones de la presente descripción, el contenido del antioxidante es de 0,1-0,5 % en peso, de 0,1-0,4 % en peso o incluso de 0,2-0,3 % en peso, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico.

Según la presente descripción, el material compuesto termoplástico está presente en forma de un gránulo con una relación dimensional de 2-5, en donde la fibra orgánica no celulósica se extiende en la dirección longitudinal del gránulo y la fibra orgánica no celulósica tiene una longitud de 5-25 mm, de 8-20 mm o incluso de 10-12 mm.

Procedimiento para preparar un material compuesto termoplástico

Según otro aspecto de la presente descripción, se proporciona un procedimiento para preparar un material compuesto termoplástico como se describe en la presente memoria, que comprende los pasos de:

- (a) mezclar por fusión una resina termoplástica y microesferas de vidrio huecas para obtener una mezcla fundida; y
- (b) mezclar e impregnar fibra orgánica no celulósica con la mezcla fundida para obtener un material compuesto termoplástico que contiene la resina termoplástica, las microesferas de vidrio huecas y la fibra orgánica no celulósica.

Según algunas realizaciones de la presente descripción, es posible en el paso (a) que una resina termoplástica y microesferas de vidrio huecas se mezclen por fusión junto con un compuesto auxiliar para obtener una mezcla fundida, en donde el compuesto auxiliar comprende uno o más de un relleno inorgánico, un compatibilizador, un aportador de tenacidad y un antioxidante; y, en el paso (b), que la mezcla fundida y una fibra orgánica no celulósica se mezclen e impregnen para obtener un material compuesto termoplástico que contenga la resina termoplástica, las microesferas de vidrio huecas, el compuesto auxiliar y la fibra orgánica no celulósica.

Según algunas realizaciones de la presente descripción, después del paso (b) puede haber comprendido un paso (c) de tirar del material compuesto termoplástico y cortarlo en forma de gránulos.

Según algunas realizaciones de la presente descripción, el paso (a) se realiza en una extrusora de doble husillo.

Según algunas realizaciones de la presente descripción, un procedimiento esquemático para preparar un material compuesto termoplástico según la presente descripción se describirá específicamente a continuación haciendo referencia a la figura 1, en donde la mezcla y la extrusión de las materias primas se realizan en una extrusora 7 de doble husillo, que comprende una primera tolva 1 de alimentación, una segunda tolva 2 de alimentación, una pluralidad de zonas a-i (que incluyen, pero que no se limitan a, las zonas a-i) a diferentes temperaturas y una matriz 4.

El procedimiento esquemático para preparar un material compuesto termoplástico según la presente descripción que se muestra en la figura 1 comprende los pasos de: precalentar la extrusora 7 de doble husillo a una temperatura de consigna; agregar una resina termoplástica (así como diversos compuestos auxiliares) a la primera tolva 1 de alimentación para mezclar y precalentar a fin de obtener una premezcla; agregar microesferas de vidrio huecas a la segunda tolva 2 de alimentación a mezclarse por fusión con la premezcla para obtener una mezcla fundida; suministrar una fibra orgánica no celulósica desde uno o más rodillos 3 de suministro de fibra hasta la matriz 4 mientras se extruye la mezcla fundida en la matriz 4 para mezclar e impregnar la mezcla fundida y una fibra no celulósica con el fin de obtener una banda impregnada que contiene la resina termoplástica, las microesferas de vidrio huecas y una fibra orgánica no celulósica (así como los compuestos auxiliares); y cortar la banda impregnada extraída de la matriz 4 en gránulos con un tamaño deseado mediante el uso de una cortadora 6. Como alternativa, la fibra orgánica no celulósica se puede agregar en la extrusora de doble husillo a través de un orificio aguas abajo antes de la matriz de hebra.

Producto moldeado por inyección

Otro aspecto de la presente descripción es un producto moldeado por inyección. Otro aspecto más de la presente descripción es un producto moldeado por inyección que se ha sometido a un moldeo por inyección de espumación supercrítica.

Con respecto a la introducción del material compuesto termoplástico, véase la sección “Material compuesto termoplástico” de esta especificación para obtener más información.

En cuanto a la introducción del procedimiento para preparar productos moldeados por inyección, véase la sección “Procedimiento para preparar un producto moldeado por inyección” de esta especificación para obtener más información.

Procedimiento para preparar un producto moldeado por inyección

Puede emplearse un proceso de moldeo por inyección convencional de la técnica anterior para realizar el moldeo por inyección sobre el material compuesto termoplástico proporcionado por la presente descripción. Por ejemplo, se puede emplear una moldeadora por inyección de plástico MJ-20H de Chen Hsong Machinery Co. Ltd, que comprende tres zonas calefactoras, para realizar el moldeo por inyección sobre el material compuesto termoplástico proporcionado por la presente descripción. Además, se puede incorporar un proceso de espumación supercrítica para realizar el moldeo por inyección de espumación supercrítica sobre el material compuesto termoplástico proporcionado por la presente descripción.

El proceso de espumación supercrítica es una técnica de espumación para reducir la densidad de los artículos de productos moldeados por inyección. Sin embargo, el uso de este proceso generalmente dará lugar a una reducción de las propiedades mecánicas de los artículos espumados. A menudo, cuando se fabrican de materiales compuestos ligeros de polipropileno empleando los procesos de espumación supercrítica, pueden reducirse la elongación a la rotura y la resistencia al impacto con entalla de los materiales. El inventor de la presente solicitud descubrió que, al usar el material compuesto termoplástico proporcionado por la presente descripción e introducir un proceso de espumación supercrítica en el proceso de moldeo por inyección, la densidad del material compuesto termoplástico puede reducirse aún más mientras que otras propiedades mecánicas del material, especialmente la elongación a la rotura y la resistencia al impacto con entalla del material, se conservan sustancialmente.

Puede incorporarse un proceso de espumación supercrítica con dióxido de carbono para realizar el moldeo por inyección sobre el material compuesto termoplástico proporcionado por la presente descripción. Por ejemplo, puede emplearse una moldeadora por inyección Engel ES200/100TL adaptada Mucell® para realizar un moldeo por inyección de espumación supercrítica sobre el material compuesto termoplástico, en donde esta moldeadora por inyección comprende tres zonas calefactoras y comprende dos zonas de boquillas de inyección en su orificio de inyección.

Se pretende que las siguientes realizaciones sean ilustrativas de la presente descripción y no limitantes.

La realización 1 se refiere a un material compuesto termoplástico que comprende 35-75 % en peso de una resina termoplástica, 5-45 % en peso de una fibra orgánica no celulósica y 5-20 % en peso de microesferas de vidrio huecas, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico; en donde la resina termoplástica es una o más seleccionadas del polipropileno, el polietileno, el cloruro de polivinilo, el poliestireno, un copolímero de etilvinilacetato y un copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno; y en donde la fibra orgánica no celulósica es una o más seleccionadas de una fibra de nailon 66, una fibra de tereftalato de polietileno, una fibra de tereftalato de polipropileno, una fibra de sulfuro de polifenileno y una fibra de polieteretercetona.

La realización 2 se refiere al material compuesto termoplástico según la realización 1, en donde el pico de fusión superior de la fibra orgánica no celulósica es 60 °C o más por encima del de la resina termoplástica.

5 La realización 3 se refiere al material compuesto termoplástico según cualquiera de las realizaciones 1 o 2, en donde la fibra orgánica no celulósica tiene un diámetro de 5-70 µm.

10 La realización 4 se refiere al material compuesto termoplástico según cualquiera de las realizaciones 1-3, en donde las microesferas de vidrio huecas tienen un diámetro de partícula de 5-100 µm, una densidad de 0,3-0,8 g/cm³ y una resistencia a la compresión mayor que 37,9 MPa.

La realización 5 se refiere al material compuesto termoplástico según cualquiera de las realizaciones 1-4, en donde el material compuesto termoplástico además comprende uno o más de un relleno inorgánico, un compatibilizador, un aportador de tenacidad y un antioxidante.

15 La realización 6 se refiere al material compuesto termoplástico según cualquiera de las realizaciones 1-5, en donde el relleno inorgánico es uno o más seleccionados de una fibra de vidrio, una fibra de carbono, una fibra de basalto, talco y montmorillonita.

20 La realización 7 se refiere al material compuesto termoplástico según cualquiera de las realizaciones 1-6, en donde la fibra orgánica no celulósica se extiende en la dirección longitudinal del gránulo y la fibra orgánica no celulósica tiene una longitud de 5-25 mm.

25 La realización 8 se refiere al material compuesto termoplástico según cualquiera de las realizaciones 1-7, en donde el material compuesto termoplástico comprende 15-30 % en peso de la fibra orgánica no celulósica y 5-10 % en peso de la microesfera de vidrio hueca, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico.

30 La realización 9 se refiere a un procedimiento para preparar un material compuesto termoplástico según una cualquiera de las realizaciones 1 a 4, que comprende los pasos de: (a) mezclar por fusión una resina termoplástica y microesferas de vidrio huecas para obtener una mezcla fundida; y (b) mezclar e impregnar fibra orgánica no celulósica con la mezcla fundida para obtener un material compuesto termoplástico que contiene la resina termoplástica, las microesferas de vidrio huecas y la fibra orgánica no celulósica.

35 La realización 10 se refiere al procedimiento según la realización 9, en donde en el paso (a) se mezclan por fusión una resina termoplástica y microesferas de vidrio huecas junto con un compuesto auxiliar para obtener una mezcla fundida, en donde el compuesto auxiliar comprende uno o más de un relleno inorgánico, un compatibilizador, un aportador de tenacidad y un antioxidante; y, en el paso (b), la mezcla fundida y una fibra orgánica no celulósica se mezclan e impregnan para obtener un material compuesto termoplástico que contiene la resina termoplástica, las microesferas de vidrio huecas, el compuesto auxiliar y la fibra orgánica no celulósica.

40 La realización 11 se refiere al procedimiento según la realización 10, en donde el relleno inorgánico es uno o más seleccionados de una fibra de vidrio, una fibra de carbono, una fibra basalto, talco y montmorillonita.

45 La realización 12 se refiere al procedimiento según cualquiera de las realizaciones 9-11, en donde en donde el paso (a) se realiza en una extrusora de doble husillo.

La realización 13 se refiere al procedimiento según cualquiera de las realizaciones 9-12, en donde después del paso (b) puede haber comprendido un paso (c) de tirar del material termoplástico y cortarlo en forma de gránulos.

50 La realización 14 se refiere a un producto moldeado por inyección que comprende el material compuesto termoplástico según cualquiera de las realizaciones 1-8 que se ha sometido a un moldeo por inyección.

La realización 15 se refiere al producto moldeado por inyección según la realización 14, que se ha sometido a un moldeo por inyección de espumación supercrítica.

55 La realización 16 se refiere al producto moldeado por inyección según la realización 15, en donde el moldeo por inyección de espumación supercrítica es un moldeo por inyección de espumación supercrítica de dióxido de carbono.

Ejemplos

60 A continuación se proporcionan ejemplos, pero es preciso recalcar que el alcance de la presente descripción no se limita a los siguientes ejemplos. Todas las partes y porcentajes están expresados en peso a no ser que se indique lo contrario.

En la siguiente tabla 1 se muestran las materias primas que se emplearon en los ejemplos y en los ejemplos comparativos.

65 Tabla 1

Denominación comercial	Descripción química	Función	Proveedores
PPK9026	Resina de polipropileno	Resina termoplástica	Sinopec Limited, China
PP 3015	Resina de polipropileno	Resina termoplástica	Formosa Chemicals&Fibre Corporation, Taiwán
PP 3920	Resina de polipropileno	Resina termoplástica	SK Corporation, Corea del Sur
PP K2051	Resina de polipropileno	Resina termoplástica	Formosa Plastics Corporation, Taiwán
Dowlex IP-41	Resina de polietileno de alta densidad	Resina termoplástica	Dow Corporation, Midland, MI, EE UU
Dow chemical 8842	Elastómero de poliolefina	Aportador de tenacidad	Dow Corporation, Midland, MI, EE UU
LDPE-2003	Polietileno de baja densidad	Aportador de tenacidad	Sinopec Limited, China
E018T	Polipropileno injertado con anhídrido maleico	Compatibilizador	Shanghai Yuanyuan Polymer Co., Ltd.
Antioxidant 1010	Tetraquis 3- (3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil) propionato	Antioxidante	BASF Corporation, Ludwigshafen, Alemania
Antioxidant 168	Tris (2,4-di-terc-butil) fosfito	Antioxidante	BASF Corporation, Ludwigshafen, Alemania
PA (Nylon) 66 fiber	Fibra de poliamida de nylon 66 sin modificación superficial que tiene un diámetro medio de 15-20 μm	Fibra orgánica no celulósica	Invista Ltd., China
E-Glass Assembled Roving for Thermoplastics 988A	Fibra de vidrio sin álcalis con un diámetro promedio de 14 μm	Relleno inorgánico	Jushi Group Ltd., Tongxiang City, China
LS 056	Fibra de tereftalato de polietileno con un diámetro medio de 20 μm	Fibra orgánica no celulósica	Jiangsu Hengli Chemical Fibre Co., Ltd.
iM16k	Microesferas de vidrio huecas con un diámetro medio de 20 μm y una densidad de 0,46 g/cm ³ y una resistencia a la compresión de 113,8 MPa	Microesferas de vidrio hueco	3M Corporation, St. Paul, MN
KBM-903	Acoplador de silano	Modificador superficial de microesfera de vidrio hueca	Shin-Etsu Corporation, Tokio, Japón
Hostacom TRC 787NE	Partículas de material compuesto de polipropileno lleno de mineral resistente a los impactos	Resina termoplástica	LyondellBasell Corporation, Houston, TX, EE UU

A continuación se describen el proceso de moldeo por inyección general (usado en todos los ejemplos y ejemplos comparativos de la tabla 7) y el proceso de moldeo por inyección supercrítica (usado en todos los ejemplos y ejemplos comparativos de la tabla 8).

5

Proceso de moldeo por inyección general

Se utilizó una moldeadora por inyección de plástico MJ-20H de Chen Hsong Machinery Co. Ltd, China, con tres zonas calefactoras, para realizar el moldeo por inyección sobre los materiales compuestos termoplásticos de los ejemplos 1-11 y de los ejemplos comparativos 1-3. En la tabla 2 se muestran los resultados

10

Tabla 2

	Temperatura de la boquilla de inyección (°C)	Temperatura de la zona calefactora 1 (°C)	Temperatura de la zona calefactora 2 (°C)	Temperatura de la zona calefactora 3 (°C)	Presión de fusión (MPa)	Tiempo de enfriamiento (s)	Temperatura de la matriz (°C)
Ejemplo 10	165	165	160	160	5	15	40
Ejemplo comparativo 2	215	215	210	200	5	15	40
Ejemplos 1-9	200	200	195	195	5	15	40

Ejemplo 11							
Ejemplo comparativo 1							
Ejemplo comparativo 3							

Se utilizó una moldeadora por inyección Engel ES200/100TL adaptada Mucell® con tres zonas calefactoras y dos zonas de boquillas de inyección para realizar un moldeo por inyección sobre los materiales compuestos termoplásticos del ejemplo 16 y del ejemplo comparativo 4 con dosificación de fluido supercrítica en el tambor de la máquina de moldeo por inyección, con esta apagada. En la tabla 4 se muestran los parámetros de proceso.

Las probetas se moldearon en una máquina de moldeo por inyección Engel adaptada Mucell® con las especificaciones mostradas a continuación usando un molde para obtener probetas de ensayo de tracción de Tipo I ASTM (como se describe en la norma ASTM D638-10: Método de prueba estándar para las propiedades de tracción de los plásticos).

Tabla 3

Máquina de moldeo por inyección	
N.º de modelo	ES200/100TL
N.º de serie-toneladas-año	70703/100/01
Fecha de Fabricación	01/2001
Fabricado por	Engel Canada, Inc. Guelph, Ontario, Canadá
Sistema de FSC Modelo n.º	TR 3.5000G
Sistema de FSC n.º de serie	00.41

Tabla 4

	Temperatura de la boquilla de inyección 1	Temperatura de la boquilla de inyección 2	Temperatura de la zona calefactora 1	Temperatura de la zona calefactora 2	Temperatura de la zona calefactora 3	Presión de fusión (MPa)	Tiempo de enfriamiento (s)	Velocidad rotacional de los husillos (rpm)	Temperatura de la matriz (°C)
Ejemplo 16	200	200	200	196	190	12,4	25	30	79
Ejemplo comparativo 4	240	221	221	196	187	138	50	30	20

Proceso de moldeo por inyección supercrítica

Se utilizó una moldeadora por inyección Engel ES200/100TL adaptada Mucell® con tres zonas calefactoras y dos zonas de boquillas de inyección en su puerto de inyección para realizar un moldeo por inyección sobre los materiales compuestos termoplásticos de los ejemplo 12-15 y de los ejemplos comparativos 5 y 6. En la tabla 5 se muestran los parámetros de proceso.

En todos estos ejemplos y ejemplos comparativos el caudal de dióxido de carbono fue de 0,23 Kg/h (0,5 lb/hr) y el tiempo de alimentación fue de 3,2 s.

Las probetas se moldearon en la máquina de moldeo por inyección Engel adaptada Mucell® con las especificaciones mostradas en la anterior tabla “Máquina de moldeo por inyección” usando un molde para obtener probetas de ensayo de tracción de Tipo I ASTM (como se describe en la norma ASTM D638-10: Método de prueba estándar para las propiedades de tracción de los plásticos).

Tabla 5

	Temperatura de la boquilla de inyección 1 (°C)	Temperatura de la boquilla de inyección 2 (°C)	Temperatura de la zona calefactora 1 (°C)	Temperatura de la zona calefactora 2 (°C)	Temperatura de la zona calefactora 3 (°C)	Presión de fusión (MPa)	Tiempo de enfriamiento (s)	Velocidad rotacional de los husillos (rpm)	Temperatura de la matriz (°C)
Ejemplos 12-15	200	200	200	196	190	12,4	25	30	18
Ejemplos comparativos 5-6	240	221	221	196	187	138	50	30	20

Métodos de ensayo para los ejemplos 1-11 y los contraejemplos 1-3

Se realizaron varios ensayos de determinación de propiedades sobre los productos moldeados por inyección para evaluar propiedades físicas que incluyen el módulo de flexión, la elongación a la rotura, la resistencia al impacto con entalla y la densidad. El módulo de flexión se evaluó según la norma ASTM D-790, la elongación a la rotura se evaluó según la norma ASTM D-638 y la resistencia al impacto con entalla se evaluó según la norma ASTM D-256. En concreto, se colocó una barra de muestra moldeada por inyección estándar por cada ensayo ASTM con un grosor de 3,2 mm en un ambiente a una temperatura de 20 °C y una humedad del 50 % durante 48 horas. A continuación, para calcular el módulo de flexión y la elongación a la rotura, los ensayos se realizaron en una máquina de ensayo universal Instron 5969 (Norwood, Ma). La prueba de impacto con entalla se realizó en una máquina para ensayos de impacto con péndulo PIT550A-2 (Shenzhen Wance Testing Machine Co., Ltd.) con un martillo de impacto de 2,75 J.

La densidad del producto moldeado por inyección, con una unidad de g/cm³, se obtuvo dividiendo el peso del producto moldeado por inyección resultante por el volumen según la norma ASTM D792 utilizando una balanza de densidad METTLER TOLEDO A1204 (Toledo, Ohio).

Métodos de ensayo para los ejemplos 12-16 y los contraejemplos 4-6

La densidad de las piezas moldeadas por inyección se midió a partir del peso conocido de las piezas moldeadas por inyección dividido entre el volumen de los especímenes. El volumen de las probetas se determinó a partir del peso moldeado conocido del homopolímero de polipropileno no relleno "Pro-fax" 6523 de LyondellBasell y de su densidad conocida (0,9 g/cm³) como se midieron mediante un picnómetro de gas Micromeritics AccuPyc 1330 en un vaso de 10 cm³ usando gas helio como medio de desplazamiento. Se utilizó un bastidor Instron con un captador dinámico de 50 KN y mordazas de tracción y de flexión de 3 puntos para determinar las propiedades de elongación a tracción y de módulo de flexión, respectivamente. En el modo de ensayo de tracción, se siguió el procedimiento de ensayo descrito en la norma ASTM D-638; sin embargo, no se utilizó ningún extensómetro y, en su lugar, se empleó la distancia de separación entre mordazas para determinar la elongación de muestra. El módulo de flexión se midió utilizando una versión modificada del ensayo de flexión de tres puntos de la norma ASTM D-790, siendo las probetas usadas las probetas Tipo 1 ASTM empleadas normalmente en la norma ASTM D-638. Se utilizaron un simulador de impacto Tinius Olsen IT503 y su entallador de probeta para medir la resistencia al impacto Izod con entalla a temperatura ambiente de las partes moldeadas según la norma ASTM D-256.

Tabla 6

Ejemplo	Microesfera de vidrio hueca iM16K	Mezcla de PP 1	Fibra orgánica no celulósica PA66	Fibra de vidrio 988A	Fibra orgánica no celulósica LS 056	Aportador de tenacidad Dow Chemical 8842	Resina termoplástica IP-41	Material compuesto termoplástico TRC 787NE
EJ1	10	68	10	0	0	2	0	0
EJ2	10	63	15	0	0	2	0	0
EJ3	10	58	20	0	0	2	0	0
EJ4	10	48	30	0	0	2	0	0
EJ5	10	38	40	0	0	2	0	0
EJ6	5	63	20	0	0	2	0	0
EJ7	15	53	20	0	0	2	0	0
EJ8	10	58	20	0	0	2	0	0
EJ9	10	51	20	7	0	2	0	0
EJ10	10	0	20	0	0	8	52	0
EJ11	10	58	0	0	20	2	0	0
CE1	10	78	0	0	0	2	0	0
CE2	10	58	0	20	0	2	0	0
CE3	0	68	20	0	0	2	0	0
EJ12	10	*55	23	0	0	2,5	0	0
EJ13	10	*55	23	0	0	2,5	0	0
EX14	10	*55	23	0	0	2,5	0	0
EJ15	10	*55	23	0	0	2,5	0	0
EJ16	10	*55	23	0	0	2,5	0	0
CE4	0	0	0	0	0	0	0	100
CE5	0	0	0	0	0	0	0	100

CE6	0	0	0	0	0	0	0	100
-----	---	---	---	---	---	---	---	-----

* En los ejemplos EJ12-EJ16 se utilizó una mezcla de PP 2 ligeramente diferente de 50 partes en peso de PPK9026, 20 partes en peso de PP3920 y 10 partes en peso de PP K2051.

En todas las formulaciones se utilizó LDPE 2003 de 3 % en peso salvo en los ejemplos 12-16, en donde se utilizó 2,5 % en peso.

- 5 En todas las formulaciones se utilizó PP-MAH de 7 % en peso y 0,3 % en peso de una mezcla de antioxidantes 3:1 de 1010:168, salvo en los contraejemplos CE4-CE6.

Ejemplo 1

- 10 Se secaron tanto microesferas de vidrio huecas iM16k como fibra de PA (nylon) 66 a 120 °C durante 2 horas.
- Se mezclaron 32 partes en peso de PPK9026, 35 partes en peso de PP3015, 25 partes en peso de PP3920 y 8 partes en peso de PP K2051 en un barril a 20 °C para obtener una mezcla de resina termoplástica denominada "Mezcla de PP 1".
- 15 Se precalentó una extrusora de doble husillo (TDM20) fabricada por Guangzhou POTOP Co. Ltd, como se muestra en la figura 1, hasta temperaturas de consigna, en donde las temperaturas de consigna de zonas respectivas (zonas a-i) desde la primera tolva de alimentación hasta la matriz fueron, respectivamente, de: 150 °C, 210 °C, 215 °C, 210 °C, 210 °C, 210 °C, 205 °C, 205 °C y 205 °C, en este orden.
- 20 Se agregaron 68 partes en peso de la "Mezcla de PP 1" y 2 partes en peso de Dow chemical 8842, 3 partes en peso de polietileno, 7 partes en peso de PP-MAH y 0,3 partes en peso de un antioxidante (en donde la proporción en peso entre el antioxidante 1010 y el antioxidante 168 en el antioxidante fue de 3:1) a la primera tolva de alimentación para mezclar a fin de obtener una premezcla.
- 25 Se agregaron 10 partes en peso de microesferas de vidrio huecas iM16k a la segunda tolva de alimentación.
- Se puso en marcha la extrusora de doble husillo para permitir la mezcla por fusión de 10 partes en peso de microesferas de vidrio huecas iM16k y de 80,3 partes en peso de la premezcla a 200 °C, de manera que se obtuvo una mezcla fundida.
- 30 Se suministraron 10 partes en peso de fibra de PA (nylon) 66, en forma de haz, desde un rodillo de suministro de fibra hasta una matriz a una temperatura de 205 °C, mientras que se extruyeron 90,3 partes en peso de la mezcla fundida al interior de la matriz para obtener una fibra compuesta. Se tiró del material compuesto hasta una cortadora a una velocidad de 1,5 m/min y se cortó en gránulos con una longitud de 10-12 mm y se secó.
- 35 Los gránulos tenían la composición mostrada en la tabla 6. Los gránulos se transformaron en barras de muestra para ensayo según el "Proceso de moldeo por inyección general" y las barras de muestra para ensayo se sometieron a ensayo según los "Métodos de ensayo". En la tabla 7 se muestran los resultados del ensayo.

Ejemplos 2-5

- 40 Los ejemplos 2-5 se prepararon y sometieron a ensayo de manera idéntica al ejemplo 1, salvo que se incrementó la cantidad de fibra de PA (nylon) 66 y se redujo la cantidad de Mezcla de PP 1 según la tabla 6.

Ejemplos 6-7

- 45 Los ejemplos 6 y 7 se prepararon y se sometieron a ensayo de manera idéntica a los ejemplos 1-5, salvo que se cambió la cantidad de microesferas de vidrio huecas (y se compensó por medio de Mezcla de PP 1 según la tabla 6)

Ejemplo 8

- 50 Este ejemplo es una demostración de un proceso alternativo de mezcla de gránulos con y sin microesferas de vidrio huecas. Las microesferas de vidrio huecas iM16k y la fibra de PA (nylon) 66 se secaron a 120 °C durante 2 horas.
- 55 Se mezclaron 32 partes en peso de PPK9026, 35 partes en peso de PP3015, 25 partes en peso de PP3920 y 8 partes en peso de PP K2051 para obtener una resina termoplástica.
- Se mezclaron 58 partes en peso de la resina termoplástica y 2 partes en peso de DOW CHEMICAL 8842, 3 partes en peso de polietileno, 7 partes en peso de PP-MAH y 0,3 partes en peso de un antioxidante (en donde la proporción en peso entre el antioxidante 1010 y el antioxidante 168 en el antioxidante fue de 3:1) para obtener una premezcla. La premezcla se dividió en dos alícuotas para obtener una premezcla 1 y una premezcla 2.
- 60

Se precalentaron las extrusoras de doble husillo (TDM20) fabricadas por Guangzhou POTOP Co. Ltd hasta temperaturas de consigna, en donde las temperaturas de consigna de zonas respectivas (zonas a-i) desde la

primera tolva de alimentación hasta la matriz fueron, respectivamente, de: 150 °C, 210 °C, 215 °C, 210 °C, 210 °C, 210 °C, 205 °C, 205 °C y 205 °C, en este orden.

La premezcla 1 se agregó a la primera tolva de alimentación de la primera extrusora de doble husillo. Se puso en marcha la primera extrusora de doble husillo para permitir la mezcla por fusión de 35,15 partes en peso de la premezcla 1 a 200 °C, de manera que se obtuvo una mezcla fundida 1. Se suministraron 20 partes en peso de fibra de PA (nailon) 66, en forma de haz, desde un rodillo de suministro de fibra hasta una matriz a una temperatura de 205 °C. Se extruyeron 35,15 partes en peso de la mezcla fundida 1 al interior de la matriz para mezclar y impregnar la fibra. Se tiró del compuesto de fibras impregnadas hasta una cortadora a una velocidad de 1,5 m/min y fue cortado en gránulos (sin microesferas de vidrio huecas) con una longitud de 10-12 mm por la cortadora, y luego se secó para su uso posterior.

La premezcla 2 se agregó a la primera tolva de alimentación de la segunda extrusora de doble husillo. Se agregaron microesferas de vidrio huecas iM16k a la segunda tolva de alimentación de la segunda extrusora de doble husillo. Se puso en marcha la segunda extrusora de doble husillo para permitir la mezcla por fusión de 10 partes en peso de microesferas de vidrio huecas iM16k y de 35,15 partes en peso de la premezcla 2 a 205 °C, de manera que se obtuvo una mezcla fundida 2. Se cortaron 45,15 partes en peso de la mezcla fundida 2 en gránulos (con microesferas de vidrio huecas) con una longitud de 10-12 mm y se secaron para su uso posterior.

Los gránulos con y sin microesferas de vidrio huecas se mezclaron a 20 °C para producir la composición mostrada en la tabla 6. La mezcla se produjo en barras de muestra para ensayo según el “Proceso de moldeo por inyección general” y las barras de muestra para ensayo se sometieron a ensayo según los “Métodos de ensayo”. En la Tabla 7 se muestran los resultados de los ensayos.

Ejemplo 9

Este ejemplo se preparó y se sometió a ensayo de manera idéntica a los ejemplos 1-5, salvo que la fibra de vidrio de 988A se introdujo en la matriz junto con la fibra de PA (nailon) 66 en cantidades según la tabla 6.

Ejemplo 10

Este ejemplo se preparó y se sometió a ensayo de manera idéntica a los ejemplos 1-5, salvo que, como se muestra en la tabla 6, se utilizó más aportador de tenacidad de POE y se empleó una resina termoplástica diferente (DOWLEX IP_41).

Ejemplo 11

Este ejemplo se preparó y se sometió a ensayo de manera idéntica a los ejemplos 1-5, salvo que la fibra de PA (nailon) 66 se sustituyó por una fibra orgánica no celulósica LS 056 diferente en cantidades mostradas en la tabla 6.

Ejemplo comparativo 1

Este ejemplo comparativo se realizó de manera idéntica a los ejemplos 1-5, salvo que NO se usaron fibras y las microesferas de vidrio huecas se trataron previamente con silano en cantidades de formulación según la tabla 6. Se utilizó acoplador de silano KBM-903 para tratar superficialmente las microesferas de vidrio huecas iM16k, que después se agitaron.

Ejemplo comparativo 2

Este ejemplo comparativo se realizó de manera idéntica a los ejemplos 1-5 con cantidades de formulación según la tabla 6, salvo que NO se usaron fibras orgánicas no celulósicas y se usaron fibras de VIDRIO 988A en su lugar.

Ejemplo comparativo 3

Este ejemplo comparativo se realizó de manera idéntica a los ejemplos 1-5 con cantidades de formulación según la tabla 6, salvo que NO se utilizaron microesferas de vidrio huecas. 6.

Tabla 7

	Módulo de flexión (MPa)	Elongación a la rotura (%)	Resistencia al impacto con entalla (KJ/m ²)	Densidad (g/cm ³)
Ejemplo 1	1780	16,8	24,5	0,841
Ejemplo 2	1930	20,5	35,9	0,853
Ejemplo 3	2180	23,6	42,8	0,879
Ejemplo 4	2310	20,4	44,6	0,899
Ejemplo 5	1970	17,1	42,2	0,914

Ejemplo 6	1890	24,6	48,1	0,893
Ejemplo 7	2140	13,4	31,5	0,867
Ejemplo 8	2100	18,9	39,6	0,881
Ejemplo 9	2420	7,2	26,7	0,902
Ejemplo 10	1360	14,5	16,8	0,920
Ejemplo 11	1980	17,3	39,4	0,891
Ejemplo comparativo 1	1780	4,7	7,4	0,829
Ejemplo comparativo 2	4360	4,6	23,3	1,021
Ejemplo comparativo 3	1650	26,8	59,5	0,952

A partir de los ejemplos 1-11 y de los ejemplos comparativos 1-3 puede observarse que es difícil equilibrar las relaciones entre una baja densidad, un gran módulo (alta rigidez) y una alta tenacidad, ya sea mediante un tratamiento superficial sobre microesferas de vidrio o mediante la mejora con materiales de fibras inorgánicas no celulósicas. Solo se puede preparar un material compuesto termoplástico con un gran módulo (alta rigidez), una alta tenacidad y una baja densidad cuando se impregnan microesferas de vidrio huecas y fibras orgánicas no celulósicas con la resina termoplástica según formulaciones específicas.

Preferencias en cuanto a las propiedades de los materiales compuestos termoplásticos son una densidad menor que 0,95 g/cm³, un módulo de flexión mayor o igual que 1700 MPa, una resistencia al impacto con entalla mayor o igual que 24 KJ/m² y una elongación a la rotura mayor o igual que 12 %

Además, a partir de los ejemplos 2-4 puede observarse que cuando el contenido de microesferas de vidrio huecas es de 10 % en peso y el contenido de fibra orgánica no celulósica es de 15-30 % en peso en un material compuesto termoplástico de polipropileno, los productos moldeados por inyección tienen buenas propiedades mecánicas y tienen las características de un gran módulo (alta rigidez), una alta tenacidad y una baja densidad.

A partir del ejemplo comparativo 1 puede observarse que un producto moldeado por inyección de un material compuesto termoplástico de polipropileno sin fibra orgánica obtenido tratando microesferas de vidrio con un acoplador de silano tiene una tenacidad insuficiente.

A partir del ejemplo comparativo 2 puede observarse que un producto moldeado por inyección preparado con un material compuesto termoplástico de polipropileno reforzado con fibra de vidrio y sin microesferas de vidrio huecas tiene una densidad excesivamente alta.

A partir del ejemplo comparativo 3 puede observarse que un producto moldeado por inyección preparado a partir de un material compuesto termoplástico de polipropileno usando solamente una fibra orgánica no celulósica tiene una rigidez insuficiente y una densidad relativamente alta.

Ejemplos 12-16

Estos ejemplos se prepararon de manera idéntica a los ejemplos 1-5, pero con cantidades mostradas en la tabla 6, utilizando una mezcla de PP y de resina termoplástica ligeramente diferente, como se indica en la tabla 6.

En estos ejemplos, sin embargo, los gránulos secos se moldearon por inyección utilizando una moldeadora por inyección (Engel ES200/100TL adaptada Mucell®) con la función de espumación supercrítica. En los ejemplos 12-15 se utilizó la función de espumación supercrítica, mientras que el ejemplo no se espumó de manera supercrítica. El gradiente de temperaturas de las temperaturas de la moldeadora por inyección desde un orificio de alimentación hasta un orificio de inyección fue de 18 °C, 190 °C, 196 °C, 200 °C, 200 °C y 200 °C), por lo que los gránulos se conformaron en barras de muestra para ensayo, en donde la relación de reducción del peso del material se controló mediante el nivel de llenado (shot) en la cavidad del molde. La relación de reducción del peso fue de 6,2 % en peso en el caso del ejemplo 12, de 7,5 % en el caso del ejemplo 13, de 9,3 % en el caso del ejemplo 14 y de 13,5 % en el caso del ejemplo 15. Las barras de muestra para ensayo se sometieron a ensayo según los "Métodos de ensayo". En la Tabla 8 se muestran los resultados de los ensayos.

Ejemplo comparativo 4

Se prepararon barras de muestra para ensayo moldeadas por inyección con parámetros de la tabla 4 y cantidades según la tabla 6 usando un material compuesto termoplástico Hostacom TRC 787N E en lugar de la mezcla de PP y SIN fibras y SIN microesferas de vidrio huecas.

Ejemplo comparativo 5

Se prepararon barras de muestra para ensayo moldeadas por inyección con parámetros de la tabla 5 y cantidades según la tabla 6 usando un material compuesto termoplástico Hostacom TRC 787N E en lugar de la mezcla de PP

y SIN fibras y SIN microesferas de vidrio huecas. La cantidad de espumación de CO₂ supercrítica se controló hasta un 11,7 % en peso. En la Tabla 6 se muestran las cantidades de formulación.

Ejemplo comparativo 6

Se prepararon barras de muestra para ensayo moldeadas por inyección como en el ensayo comparativo 5, pero la cantidad de espumación de CO₂ supercrítica se controló hasta un 12,9 % en peso.

Tabla 8

	Ejemplo 12	Ejemplo 13	Ejemplo 14	Ejemplo 15	Ejemplo 16	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5	Ejemplo comparativo 6
Espumación supercrítica	SÍ	SÍ	SÍ	SÍ	NO	NO	SÍ	SÍ
Resistencia al impacto con entalla (KJ/m ²)	51,4	49,8	55,1	56,1	52,4	61,5	21,1	23,4
Módulo de flexión (MPa)	1373	1340	1317	1242	1313	1661	1690	1690
Densidad (g/cm ³)	0,825	0,814	0,798	0,754	0,880	1,030	0,911	0,898

A partir de los ejemplos 12-15 puede observarse que los productos moldeados por inyección, preparados empleando materiales compuestos termoplásticos proporcionados por la presente descripción y utilizando el proceso de espumación supercrítica, conservan sustancialmente el módulo de flexión y la resistencia al impacto con entalla de los productos moldeados por inyección, mientras que la densidad se reduce aún más.

A partir de los ejemplos comparativos 4-6 puede observarse que cuando los productos moldeados por inyección se prepararon empleando otros materiales compuestos de polipropileno y utilizando el proceso de espumación supercrítica, la resistencia al impacto con entalla se redujo significativamente.

En resumen, los productos moldeados por inyección preparados a partir del material compuesto termoplástico según la presente descripción y utilizando además el proceso de espumación supercrítica son aún más ventajosos a la hora de preparar un material compuesto con buenas propiedades mecánicas y peso ligero.

El experto en la técnica debe entender que es posible realizar varias modificaciones y variaciones sin salirse del alcance de la presente descripción. Se pretende que dichas modificaciones y variaciones estén dentro del alcance de la presente descripción, definido por las siguientes reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un material compuesto termoplástico, que comprende 35-75 % en peso de una resina termoplástica, 5-45 % en peso de una fibra orgánica no celulósica, y 5-20 % en peso de microesferas de vidrio huecas, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico; en donde la resina termoplástica es una o más seleccionadas de polipropileno, polietileno, cloruro de polivinilo, poliestireno, un copolímero de etilvinilacetato, y un copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno; y la fibra orgánica no celulósica es una o más seleccionadas de una fibra de nailon 66, una fibra de tereftalato de polietileno, una fibra de tereftalato de polipropileno, una fibra de sulfuro de polifenileno, y una fibra de polieteretercetona.
2. El material compuesto termoplástico según la reivindicación 1, en donde la resina termoplástica es una o más seleccionadas de polipropileno y polietileno.
3. El material compuesto termoplástico según la reivindicación 1 o 2, en donde la fibra orgánica no celulósica es una o más seleccionadas de una fibra de nailon 66, una fibra de tereftalato de polietileno, y una fibra de tereftalato de polipropileno.
4. El material compuesto termoplástico según una cualquiera de las realización 1 a 3, en donde el pico de fusión superior de la fibra orgánica no celulósica es 60 °C o más por encima del de la resina termoplástica.
5. El material compuesto termoplástico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la fibra orgánica no celulósica tiene un diámetro de 5-70 µm.
6. El material compuesto termoplástico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde las microesferas de vidrio huecas tienen un diámetro de partícula de 5-100 µm, una densidad de 0,3-0,8 g/cm³, y una resistencia a la compresión mayor que 37,9 % MPa.
7. El material compuesto termoplástico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el material compuesto termoplástico comprende además uno o más de un relleno inorgánico, un compatibilizador, un aportador de tenacidad, y un antioxidante.
8. El material compuesto termoplástico según la reivindicación 7, en donde el relleno inorgánico es uno o más seleccionados de una fibra de vidrio, una fibra de carbono, una fibra basalto, talco y montmorillonita.
9. El material compuesto termoplástico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la fibra orgánica no celulósica se extiende en la dirección longitudinal del gránulo y la fibra orgánica no celulósica tiene una longitud de 5-25 mm.
10. El material compuesto termoplástico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde el material compuesto termoplástico comprende 15-30 % en peso de la fibra orgánica no celulósica y 5-10 % en peso de la microesfera de vidrio hueco, sobre la base del 100 % en peso del peso total del material compuesto termoplástico.
11. Un procedimiento para preparar el material compuesto termoplástico de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende los pasos de:
 - (a) mezclar por fusión la resina termoplástica y las microesferas de vidrio huecas para obtener una mezcla fundida; y
 - (b) mezclar e impregnar la fibra orgánica no celulósica con la mezcla fundida para obtener un material compuesto termoplástico que contiene la resina termoplástica, las microesferas de vidrio huecas, y la fibra orgánica no celulósica.
12. El procedimiento para preparar un material compuesto termoplástico según la reivindicación 11, en donde en el paso (a), la resina termoplástica y las microesferas de vidrio huecas se mezclan por fusión junto con un compuesto auxiliar para obtener una mezcla fundida, en donde el compuesto auxiliar comprende uno o más de un relleno inorgánico, un compatibilizador, un aportador de tenacidad, y un antioxidante; y en el paso (b), la mezcla fundida y la fibra orgánica no celulósica se mezclan e impregnan para obtener un material compuesto termoplástico que contiene la resina termoplástica, las microesferas de vidrio huecas, el compuesto auxiliar, y la fibra orgánica no celulósica.
13. El procedimiento para preparar un material compuesto termoplástico según la reivindicación 11 o 12, en donde el paso (a) se realiza en una extrusora de doble husillo.
14. El producto moldeado por inyección, que comprende el material compuesto termoplástico según una cualquiera de las reivindicaciones 1-10 que se ha sometido a un moldeo por inyección.

15. El producto moldeado por inyección según la reivindicación 14, que ha sido sometido a un moldeo por inyección de espumación supercrítica.

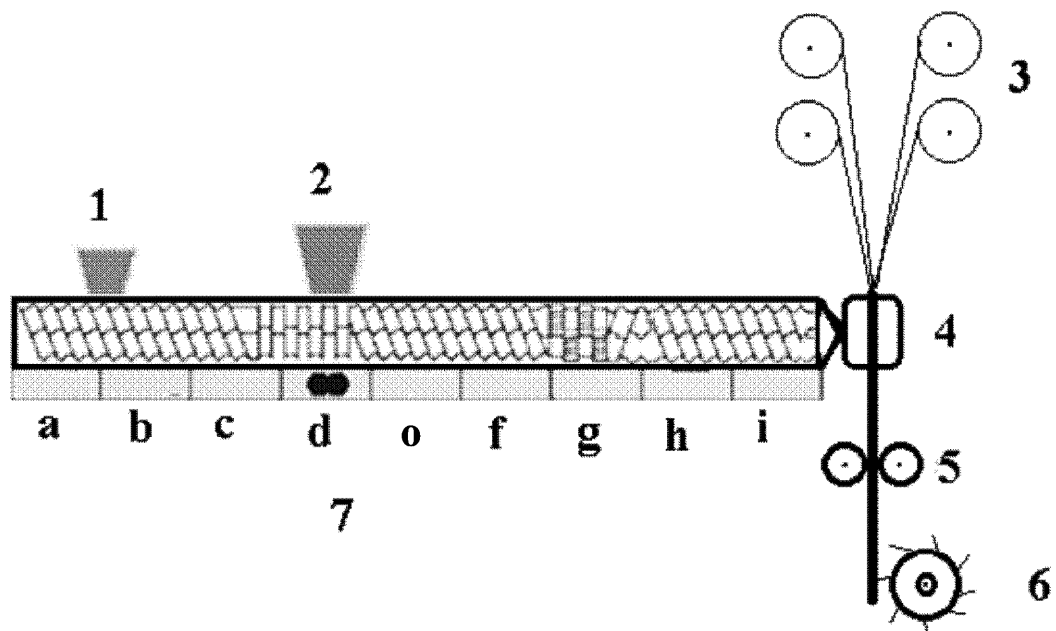


Fig. 1