



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 291 391**

51 Int. Cl.:

C08K 3/40 (2006.01)

C08K 3/00 (2006.01)

C08K 7/14 (2006.01)

C08L 23/10 (2006.01)

C08L 23/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02009125 .2**

86 Fecha de presentación : **24.04.2002**

87 Número de publicación de la solicitud: **1357144**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **29.10.2003**

54 Título: **Composiciones de polipropileno.**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.03.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.03.2008

73 Titular/es: **Borealis Polyolefine GmbH**
Danubiastrasse 21-25
2320 Schwechat-Mannswörth, AT

72 Inventor/es: **Schiningher, Renate;**
Aumayr, Günther y
Kastner, Erwin

74 Agente: **Ungría López, Javier**

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

Composiciones de polipropileno.

5 Introducción

La invención se refiere a composiciones de polipropileno reforzadas con fibra de vidrio con un equilibrio mejorado de propiedades mecánicas y termomecánicas. Más particularmente la invención se refiere a composiciones de polipropileno reforzadas con fibra de vidrio con un equilibrio mejorado de tenacidad, dureza, resistencia a impacto y resistencia a distorsión por calor.

Las composiciones de la invención son particularmente útiles para piezas sometidas a alta tensión en automoción y aplicaciones de la industria de aparatos eléctricos.

15 Antecedentes de la invención

El refuerzo de polipropileno con fibras de vidrio cortas ya es estado de la técnica desde hace algún tiempo. Sin embargo, los desarrollos fundamentales han sido escasos en los años previos. El perfil de propiedades de estos compuestos está determinado en gran medida por el polímero base (principalmente homopolímero de polipropileno con una fluidez media o alta), la cantidad de fibras de vidrio (normalmente el 20 o 30% en peso) y el agente de acoplamiento usado.

Era posible conseguir propiedades tales como módulos E de aproximadamente 6.000 MPa y resistencias por distorsión por calor que eran significativamente mayores que, por ejemplo, aquellas de compuestos reforzados con talco. Las piezas sometidas a alta tensión, por ejemplo, bajo el capó, requieren tanto dureza a elevadas temperaturas como un buen comportamiento a impacto.

Estos requisitos hasta ahora no podían satisfacerse mediante propileno reforzado con fibra corta convencional. Estas piezas por lo tanto se producen aún ahora a partir de otros compuestos poliméricos técnicos, por ejemplo poliamida reforzada con fibra de vidrio.

La mejora en las propiedades mecánicas de polipropileno que se obtiene mediante el refuerzo con fibra de vidrio está compuesta en gran medida por una mayor resistencia a tracción y una mayor temperatura de distorsión por calor. El refuerzo con fibra de vidrio sin embargo tiene la desventaja de que estos compuestos se hacen muy quebradizos y se rompen y no muestran una resistencia a impacto satisfactoria.

Para aumentar la resistencia a impacto es posible añadir elastómeros de alto impacto. Sin embargo esto tiene el inconveniente de que la dureza y la temperatura de distorsión por calor disminuyen drásticamente.

Los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de vidrio disponibles en el mercado típicos están basados en homo- o copolímeros de polipropileno-etileno de polipropileno con un MFR (230°C/2,16 kg) de la matriz de 2-50 g/10 min, comprenden el 10-50% en peso de fibras de vidrio troceadas que tienen un diámetro de 13-14 μm con una longitud inicial antes de la confección de 3-4,5 mm y un tamaño compatible con polipropileno y comprenden un anhídrido de ácido maleico injertado con polipropileno como agente de acoplamiento.

Las propiedades mecánicas de estos compuestos dependen de las propiedades mecánicas del polímero base, la longitud de la fibra de vidrio, la tecnología de confección, la fuerza de acoplamiento entre fibra y matriz y de la cantidad de fibras de vidrio.

Los valores típicos para propiedades mecánicas y termomecánicas son: resistencia a tracción de acuerdo con ISO 527 de 70-100 MPa, resistencia a impacto sin muesca de acuerdo con ISO 179 de 20-50 kJ/m², energía absorbida en el ensayo de penetración de acuerdo con DIN 53443/T2 de 1-5 J/mm y temperatura de distorsión por calor de acuerdo con ISO 75 A de 120-150°C.

El documento WO 00/71338 describe una lámina co-extruída que comprende una capa que contiene polímeros de propileno.

El documento US 4.603.153 describe una composición de resina reforzada con fibra de vidrio.

El documento US 5.082.889 describe una composición de polipropileno reforzada.

60 Objeto de la invención

El objeto de la presente invención es proporcionar composiciones de polipropileno reforzadas con fibra de vidrio con un equilibrio mejorado de propiedades mecánicas y termomecánicas, es decir, un equilibrio mejorado de tenacidad, dureza, resistencia a impacto y resistencia a distorsión por calor. Otro objeto de la invención es proporcionar artículos hechos a partir de estas composiciones de polipropileno reforzadas con fibra de vidrio especialmente para automoción y aplicaciones en aparatos eléctricos.

Breve descripción de la invención

El objeto de la invención se ha conseguido proporcionando composiciones de polipropileno reforzadas con fibra de vidrio que están compuestas por homo o copolímeros de polipropileno de baja viscosidad y copolímeros de propileno-etileno altamente cristalino de alta viscosidad, como se define en la reivindicación 1. Las realizaciones preferidas se definen en las reivindicaciones 2 a 7. Adicionalmente la presente invención proporciona el uso como se define en la reivindicación 8.

La invención por lo tanto se refiere a una composición de polipropileno reforzado con fibra de vidrio con un equilibrio mejorado de propiedades mecánicas y termomecánicas que consiste en

a) del 30 al 92% en peso de un componente A que es un homopolímero de propileno con una isotacticidad $\geq 96\%$ y/o un copolímero de propileno que comprende hasta el 10% en peso de una o más α olefinas C_4 - C_8 y/o etileno con una isotacticidad de la matriz de homopolímero de propileno de $\geq 96\%$,

dicho componente A tiene un MFR de ≥ 10 g/10 min a 230°C/2,16 kg,

b) del 3 al 35% en peso de un componente B que es un copolímero de propileno/etileno heterofásico con hasta el 10% en peso de etileno con una isotacticidad de la matriz de homopolímero de propileno de $\geq 96\%$,

dicho componente B tiene un MFR de 0,1 a 2,0 g/10 min a 230°C/2,16 kg y

c) del 5 al 50% en peso de fibras de vidrio reforzadas y del 0 al 5% en peso basado en el peso de la composición, de un compatibilizador y aditivos en una cantidad del 0 a menos del 2% en peso cada uno basado en el peso total de la composición.

Descripción detallada de la invención

El componente A es un homopolímero de propileno y/o un copolímero de propileno que comprende hasta el 10% en peso de una o más α olefinas C_4 - C_8 y/o etileno, cuyo primer componente A tiene un MFR de ≥ 10 g/10 min a 230°C/2,16 kg y una isotacticidad del homopolímero o, en el caso de un copolímero, de la matriz de homopolímero de $\geq 96\%$.

El componente A es un homopolímero de propileno o copolímero de propileno altamente cristalino (isotacticidad $\geq 96\%$) y de baja viscosidad (MFR ≥ 10 g/10 min a 230°C/2,16 kg) o mezclas de los mismos. En el caso de que el componente A comprenda un copolímero de propileno, preferiblemente es un copolímero heterofásico.

El polímero del componente A puede producirse por un proceso de polimerización uni o multi etapa de propileno o propileno y α -olefina y/o etileno tal como polimerización a granel, polimerización en fase gaseosa, polimerización en suspensión, polimerización en solución o combinaciones de los mismos usando catalizadores convencionales. Estos procesos los conocen bien los especialistas en la técnica.

Un proceso preferido es una combinación de un reactor o reactores de bucle de suspensión a granel y reactor o reactores en fase gaseosa. El homopolímero o matriz polimérica puede fabricarse en reactores de bucle o en una combinación de reactores de bucle y de fase gaseosa. El polímero producido de esta manera se transfiere a otro reactor y la goma de propileno/ α -olefina se polimeriza. Preferiblemente esta etapa de polimerización se realiza en una polimerización en fase gaseosa.

Un catalizador adecuado para la polimerización del copolímero heterofásico es cualquier catalizador estereoespecífico para la polimerización de propileno que es capaz de polimerizar y copolimerizar propileno y comonómeros a una temperatura de 40 a 110°C y a una presión de 10 a 100 bar. Los catalizadores de Ziegler Natta así como catalizadores de metalloceno son catalizadores adecuados. Un especialista en la técnica dispone de diversas posibilidades para producir homo y copolímeros de propileno y simplemente encontrará un procedimiento adecuado para producir polímeros adecuados que se usan en la presente invención.

El componente A tiene un MFR de ≥ 10 g/10 min preferiblemente de 15 a 50 g/10 min, más preferiblemente de 15 a 30 g/10 min y aún más preferiblemente de 18 a 25 g/10 min a 230°C/2,16 kg. La isotacticidad de un polímero del componente A es $\geq 96\%$, preferiblemente $\geq 97\%$ y más preferiblemente $\geq 98\%$. Valores mayores para la isotacticidad indican mayores grados de cristalinidad. En este documento, si no se menciona otra cosa, la isotacticidad de un copolímero siempre significa la isotacticidad de la matriz homopolimérica del copolímero.

Un copolímero, que puede estar compuesto parcial o completamente por componente A, tiene un contenido de comonómero de hasta el 10% en peso, preferiblemente hasta el 5% en peso y más preferiblemente hasta el 3% en peso.

Los polímeros preferidos para el componente A son homopolímeros de propileno y copolímeros de propileno que en el caso de los copolímeros son preferiblemente copolímeros heterofásicos. Estos polímeros preferidos para el

ES 2 291 391 T3

componente A son polímeros que presentan un alto grado de dureza, que está correlacionada con la cristalinidad y, de esta manera, con la isotacticidad.

5 El componente B es un copolímero heterofásico de propileno/etileno con hasta el 10% en peso de etileno y una isotacticidad $\geq 96\%$, cuyo segundo componente B tiene un MFR de 0,1 a 2,0 g/10 min a 230°C/2,16 kg.

10 El componente B es un copolímero de propileno altamente cristalino (isotacticidad $\geq 96\%$) y altamente viscoso (MFR = 0,1 - 2,0 g/10 min a 230°C/2,16 kg) con un contenido considerable de comonomero (contenido de etileno de hasta el 10% en peso).

El polímero del componente B puede producirse por cualquier proceso que sea adecuado para producir un copolímero heterofásico del componente A.

15 El componente B tiene un MFR de 0,1 a 2,0 g/10 min, preferiblemente de 0,1 a 1,0 g/10 min y más preferiblemente 0,2 a 0,8 g/10 min a 230°C/2,16 kg.

La isotacticidad de un polímero del componente B es $\geq 96\%$, preferiblemente $\geq 97\%$ y más preferiblemente $\geq 98\%$.

20 El copolímero del componente B tiene un contenido de etileno de hasta el 10% en peso preferiblemente hasta el 7% en peso y más preferiblemente del 2 al 6% en peso.

El componente B está presente en la composición de polipropileno de la presente invención en una cantidad de 3-35% peso, preferiblemente en una cantidad de 5-15% en peso.

25 Las composiciones de acuerdo con la invención comprenden el 5-50% en peso de fibras de vidrio de refuerzo, preferiblemente el 20-40% en peso.

30 Las composiciones de la presente invención normalmente comprenden también un compatibilizador que es necesario para potenciar la miscibilidad y dispersibilidad de las fibras de vidrio polares en la matriz de polipropileno no polar. Aunque la invención no se restringe a un cierto tipo de compatibilizador y, por lo tanto, cualquier tipo de compuesto es adecuado si satisface el requisito anterior, se prefiere un homopolímero de polipropileno injertado con anhídrido de ácido maleico o un copolímero de bloque de propileno/etileno. Este tipo de compatibilizador reacciona químicamente con amino silanos del tamaño de las fibras de vidrio. El compatibilizador puede estar presente en el intervalo del 0,5 al 5% en peso basado en el peso de la composición.

De acuerdo con una realización ventajosa de la presente invención las fibras de vidrio de refuerzo están compuestas fundamentalmente por fibras de vidrio con un diámetro de filamento de aproximadamente 10-15 μm .

40 Pueden conseguirse propiedades mecánicas muy buenas, especialmente un aumento adicional de la resistencia a impacto con fibras de vidrio que tienen un diámetro aún menor, mientras que se mantienen las otras propiedades pertinentes, especialmente resistencia a distorsión por calor.

45 Debido a las excelentes propiedades mecánicas y termomecánicas de las composiciones de acuerdo con la invención son perfectamente adecuadas para producir artículos con un equilibrio mejorado de propiedades mecánicas y termomecánicas para automoción y aplicaciones en aparatos eléctricos.

50 Las composiciones de la presente invención puede comprender adicionalmente aditivos convencionales tales como antioxidantes, estabilizadores, agentes colorantes, estabilizadores UV, agentes nucleantes, agentes antiestáticos, agentes de deslizamiento/liberación del molde, cargas, etc. Estos aditivos pueden estar presentes al menos en un 2% en peso cada uno, más preferiblemente menos del 0,5% en peso basado en el peso total de la composición.

55 Los ejemplos de dichos aditivos convencionales incluyen Irganox 1010, Irganox B 225 e Irgafos 168 (estabilizadores disponibles en el mercado de Ciba Speciality Chemicals), estearato cálcico e hidrotalcita sintética (por ejemplo DHT-4A de Kyowa Chemical Industry) y 1,2:3,4-di(etilbenciliden)sorbitol - EBDS (por ejemplo NC-4 de Mitsui Toatsu y 1,3:2,4 bis(3,4-dimetilbenciliden)sorbitol - DMBDS (por ejemplo Millad 3988 de Miliken Chemicals).

60 Las composiciones de poliolefina de la presente invención se producen mezclando los polímeros del componente A con aquellos del componente B y fibras de vidrio y añadiendo aditivos convencionales y/o estabilizadores y/o cargas.

Preferiblemente, la combinación se realiza por mezcla en estado fundido en una extrusora u otra unidad de mezcla en estado fundido preferiblemente en una extrusora de doble tornillo, normalmente seguido de granulación.

65 Los componentes pueden mezclarse en estado fundido como tal, o la mezcla en estado fundido puede realizarse en presencia de un componente peróxido para aumentar el caudal de fundido de la composición. Después el peróxido, preferiblemente un peróxido orgánico, que es adecuado para la degradación de polipropileno (separación de viscosidades por craqueo térmico) se suministra a la unidad de mezcla junto con los componentes A y B o el peróxido puede suministrarse por separado a la unidad de mezcla en estado fundido. Como alternativa, cualquiera de los componen-

ES 2 291 391 T3

tes A o B puede separarse en sus viscosidades antes de mezclarse en estado fundido con el otro componente y los aditivos.

Métodos de Medida

Isotacticidad

La isotacticidad se determina mediante medida FTIR y se calcula como proporción de pico A_{998}/A_{973} (descrito en T. Sundell, H. Fagerholm & H. Crozier, *Isotacticity determination of polypropylene using FT-Raman spectroscopy*, Polymer 97, 1996, 3227-31).

MFR

Los caudales de fusión (MFR) se midieron bajo una carga de 2,16 kg a 230°C. El caudal de fundido es la cantidad de polímero en gramos que el aparato de ensayo estandarizado a ISO 1133 se extruye en 10 minutos a una temperatura de 230°C bajo una carga de 2,16 kg.

Resistencia a Impacto

La resistencia a impacto con muesca (NIS) se determinó de acuerdo con ISO 179/1eA a 23°C usando muestras de ensayo moldeadas por inyección como se describe en EN ISO 1873-2 (80 x 10 x 4 mm).

La resistencia a impacto sin muesca (IS) se determinó de acuerdo con ISO 179/1eU a 23°C usando muestras de ensayo moldeadas por inyección como se describe en EN ISO 1873-2 (80 x 10 x 4 mm).

Módulo de Flexión

Determinado de acuerdo con ISO 178 usando muestras de ensayo moldeadas por inyección como se describe en EN ISO 1873-2 (80 x 10 x 4 mm).

Módulo de Tracción

El módulo de tracción se determinó de acuerdo con ISO 527 usando muestras de ensayo moldeadas por inyección como se describe en EN ISO 1873-2 (170 x 10 x 4 mm).

Resistencia a Tracción

La resistencia a tracción se determinó de acuerdo con ISO 527 usando muestras de ensayo moldeadas por inyección como se describe en EN ISO 1873-2 (170 x 10 x 4 mm).

Energía Absorbida (EA) - Ensayo de Impacto Biaxial

El ensayo de impacto biaxial para determinar la energía absorbida se realizó de acuerdo con ISO 6603-2 usando muestras de ensayo moldeadas por inyección como se describe en EN ISO 1873-2 (60 x 60 x 3 mm).

Temperatura de Distorsión por Calor

La temperatura de distorsión por calor (HDT) se determinó de acuerdo con ISO 75 A usando muestras de ensayo moldeadas por inyección como se describe en EN ISO 1873-2 (80 x 10 x 4 mm).

Ejemplos

Los siguientes materiales poliméricos base, cuyas características se dan en la Tabla 1 se usaron para producir los ejemplos de acuerdo con la invención y ejemplos comparativos.

ES 2 291 391 T3

TABLA 1

	Polímero	MFR	Módulo Flex.	IS	NIS	C ₂	Isotacticidad
		[g/10 min]	[MPa]	[kJ/m ²]	[kJ/m ²]	[% en peso]	[%]
	Polímero 1	20	2000	80	2	-	0,979
Comp. A	Polímero 2	20	1300	130	3	-	0,942
	Polímero 3	20	2000	90	2,5	-	0,979
Comp. B	Polímero 4	0,3	1100	sR	60	8,3	0,947
	Polímero 5	0,25	1800	sR	60	4	0,965

sR: sin rotura.

Los polímeros se mezclaron con 2% en peso de compatibilizador, 0,2% en peso de monoestearato de glicerilo y 0,1% en peso de Irganox B 225 y después se combinaron con la cantidad respectiva de fibras de vidrio en una extrusora de doble tornillo de laboratorio Berstorff ZE 40 A 37 D con un perfil de temperatura 180/200/210/220/220/230/230/220/225/220 y una velocidad de tornillo de 30 rpm.

Las fibras de vidrio de Owens Coming (GF OCF CS 144) se usaron troceadas a una longitud inicial de aproximadamente 4 mm).

Como compatibilizador, se usó un copolímero de bloque de etileno/propileno injertado con anhídrido de ácido maleico con un MFR de 35 g/10 min y que contenía el 1,0% en peso de anhídrido de ácido maleico injertado.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 291 391 T3

TABLA 2

		C1	2	3	4	5	C8	C9
5	Polímero 1	[% en peso]	70	55	40	-	-	40
10	Polímero 2	[% en peso]	-	-	-	-	40	-
15	Polímero 3	[% en peso]	-	-	-	50	55	-
20	Polímero 4	[% en peso]	-	-	-	-	-	30
25	Polímero 5	[% en peso]	-	15	30	15	10	30
	Fibras de vidrio	[% en peso]	30	30	30	35	35	30
30	MFR _{composición}	[g/10 min]	6,5	2,9	1,3	1,3	1,8	1,6
35	Módulo de Tracción	[MPa]	7050	6970	6690	7910	8420	6440
40	Resistencia a la Tracción	[MPa]	104,9	99,3	94,6	101,4	106,0	92,0
45	Módulo de Flexión	[MPa]	6.70	6.150	6.880	6.610	6.940	5.570
	IS	[kJ/m ²]	47,9	49,1	48,4	55,3	54,9	50,6
	NIS	[kJ/m ²]	9,9	10,7	11,8	12,1	12,0	12,7
	Energía Absorbida	[J]	6,7	8,1	8,6	9,5	8,1	8,7
50	HDT	[°C]	151	147	144	148	150	142

MFR_{composición} es el MFR de la composición global *con* fibras de vidrio.

Las barras de ensayo moldeadas por inyección se produjeron a partir de composiciones de polipropileno reforzadas con fibra de vidrio. Para el ensayo de impacto biaxial se produjeron placas de ensayo moldeadas por inyección de (60 x 60 x 3 mm). Todas las muestras de ensayo se almacenaron durante al menos 96 horas a temperatura ambiente antes de determinar las propiedades mecánicas y termomecánicas.

Para demostrar la aplicabilidad de las composiciones de la invención para aparatos eléctricos y aplicaciones en automoción, especialmente en situaciones “bajo el capó”, se ensayaron numerosas composiciones de la invención para determinar su comportamiento de crecimiento de grietas a fatiga (FCG). A continuación se describen antecedentes generales, metodología y resultados experimentales de estos ensayos:

La Figura 1 es una representación esquemática de una muestra de ensayo de tipo CT.

ES 2 291 391 T3

La Figura 2 es una representación esquemática del comportamiento del crecimiento de grietas de polímeros bajo cargas de fatiga.

La Figura 3 muestra los mecanismos de fractura del ejemplo de la invención 5 comparado con poliamida reforzada con fibra de vidrio PA6 y comparado con un polipropileno reforzado con fibra de vidrio convencional (PP-GF30).

Base general y metodología de mecanismos de fractura elásticos lineales (LEFM)

La clasificación del comportamiento del crecimiento de grietas a fatiga (FCG) de clases de polipropileno reforzadas con fibra de vidrio corta se basa en una metodología de mecanismo de fractura elástica lineal (LEFM). Los ensayos de FCG se realizan bajo una carga sinusoidal a una frecuencia de 10 Hz y proporciones R ($F_{\min}/F_{\max}$) de 0,1.

Antecedentes generales

De acuerdo con los conceptos de los mecanismos de fractura elásticos lineales (LEFM), la velocidad de crecimiento de una grieta aguda en materiales elásticos lineales con pequeña escala de plasticidad está gobernada únicamente por el factor de intensidad de tensión aplicado K_I (el índice I representa el modo de abertura o condiciones de carga de tracción pura), que describe la tensión en la punta de grieta local y campo de tensión [Kinloch, A.J. y Young, R.J. (1983) *Fracture Behaviour of Polymers*, Applied Science Publishers Ltd., Barking]. El factor de intensidad de tensión K_I puede expresarse de forma general de la siguiente manera:

$$K_I = \sigma \cdot \sqrt{a} \cdot Y$$

en la que σ es la tensión aplicada, a es la longitud de la grieta e Y es una función de corrección no dimensional que representa la grieta y la geometría del componente así como el tipo de carga. Usando estos conceptos de velocidades FCG, da/dN puede controlarse mediante el intervalo de factor de intensidad de tensión en la punta de la grieta, $\Delta K_I = K_{I\max} - K_{I\min}$ [Hertzberg, R. W. y Manson, J. A. (1980). *Fatigue of Engineering Polymers*. Academia Press, Nueva York]. Frecuentemente, durante un cierto intervalo de velocidad de crecimiento de grieta, una sección lineal extendida se pone de manifiesto en una doble escala logarítmica en muchos plásticos indicando una relación de tipo ley de potencia de la forma

$$\frac{da}{dN} = A \cdot K_I^m$$

donde A y m son constantes, que dependen del material, así como de variables de ensayo tales como temperatura, entorno, frecuencia y proporción de tensión. Sin embargo esta relación generalmente se mantiene cierta únicamente en un intervalo intermedio de velocidades de crecimiento de grieta. Cuando se investiga un amplio intervalo de da/dN , pueden observarse desviaciones de la ley de potencia como se ilustra esquemáticamente en la Figura 2. Es decir, la velocidad de crecimiento de la grieta en la región I disminuye rápidamente para pequeños valores que se desvanecen según ΔK_I alcanza el valor umbral, $\Delta K_{I\text{-ésimo}}$ y aumenta notablemente la región III cuando $\Delta K_{I\max}$ se aproxima a la dureza de fractura de material, K_{Ic} y la propagación de grietas se hace inestable.

Puede describirse a partir de la Figura 2, que es deseable encontrar materiales cuya curva en el diagrama de la Figura 2 esté tan a la derecha como sea posible, es decir donde el valor $\log \Delta K$ correspondiente para un da/dN dado sea tan grande como sea posible.

Es deseable también encontrar materiales cuya pendiente de la proporción lineal (es decir la región II) se tan pequeña como sea posible, indicando de esta manera una menor sensibilidad de propagación de grieta a una mayor tensión.

Experimental

Para estas muestras de ensayo de FCG de tipo compacto (configuración C (T), véase Figura 1) con una anchura de muestra de 50 mm se mecanizan placas moldeadas por inyección desde 4 mm de espesor. Se introducen pre-grietas en las muestras de ensayo dentro de los experimentos mecánicos de fractura presionando una cuchilla de afeitar comercial nueva con un espesor nominal de 0,1 mm a temperatura en ambiente en una punta de muesca en V.

El ensayo de crecimiento de grieta por fatiga se realiza con una máquina de ensayo de bucle cerrado servohidráulica (tipo MTS 831) bajo carga sinusoidal a una frecuencia de 10 Hz y a una proporción R ($F_{\min}/F_{\max}$) de 0,1. Los valores de longitudes de grieta se controlan con ayuda de unidades microscópicas de desplazamiento equipadas con transductores variables lineales para medidas de desplazamiento.

ES 2 291 391 T3

Puede observarse a partir de la Figura 3, que el Ejemplo 5, una composición de polipropileno reforzado con fibra de vidrio (línea continua atravesada por círculos huecos), es comparable con poliamida reforzada con fibra de vidrio (líneas discontinuas atravesadas por cuadrados huecos y rellenos), ambas en relación con niveles de tensión absoluta así como relacionadas con la pendiente de la línea. Comparado con ello, hay un polipropileno reforzado con fibra de vidrio convencional (línea discontinua atravesada por triángulos rellenos), que es un homopolímero de propileno con una isotacticidad del 94,0% que contiene el 30% en peso de fibras de vidrio, que tiene un MFR del compuesto de 2,0 g/10 min.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

ES 2 291 391 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición de polipropileno reforzada con fibra de vidrio con un equilibrio mejorado de propiedades mecánicas y termomecánicas, que consiste en:
- 10 a) del 30 al 92% en peso de un componente A que es un homopolímero de propileno con un isotacticidad $\geq 96\%$ y/o copolímero de propileno que comprende hasta el 10% en peso de una o más α -olefinas C_4 - C_8 y/o etileno con isotacticidad de la matriz de homopolímero de propileno de $\geq 96\%$,
- 15 dicho componente A tiene un MFR de ≥ 10 g/10 min a 230°C/2,16 kg,
- b) del 3 al 35% de un componente B que es un copolímero heterofásico de propileno/etileno con hasta el 10% de etileno con una isotacticidad de la matriz de homopolímero de propileno de $\geq 96\%$,
- 20 dicho componente B tiene un MFR de 0,1 a 2,0 g/10 min a 230°C/2,16 kg y
- c) del 5 al 50% en peso de fibras de vidrio reforzadas, y
- 25 d) del 0 al 5% en peso basado en el peso de la composición de compatibilizador y,
- e) aditivos en una cantidad del 0 a menos del 2% en peso cada uno basado en el peso total de la composición.
2. Composición de polipropileno reforzada con fibra de vidrio de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada** porque el componente A es un homopolímero de propileno.
3. Composición de polipropileno reforzada con fibra de vidrio de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, **caracterizada** porque el componente A es un copolímero heterofásico de propileno.
- 30 4. Composición de polipropileno reforzada con fibra de vidrio de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada** porque el componente B es un copolímero de propileno/etileno con del 2 al 6% en peso de etileno.
- 35 5. Composición de polipropileno reforzada con fibra de vidrio de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 **caracterizada** porque la composición de polipropileno contiene una cantidad del 20 al 40% en peso de fibras de vidrio reforzadas.
- 40 6. Composición de polipropileno reforzada con fibra de vidrio de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizada** porque contiene del 5 al 15% en peso del componente B.
7. Composición de polipropileno reforzada con fibra de vidrio de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizada** porque las fibras de vidrio de refuerzo están compuestas fundamentalmente por fibras de vidrio con un diámetro de filamento de aproximadamente 10-15 μm .
- 45 8. Uso de la composición de polipropileno reforzada con fibra de vidrio de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 7, para producir artículos con un equilibrio mejorado de propiedades mecánicas y termomecánicas para automoción aplicaciones en aparatos eléctricos.
- 50
- 55
- 60
- 65

Fig. 1

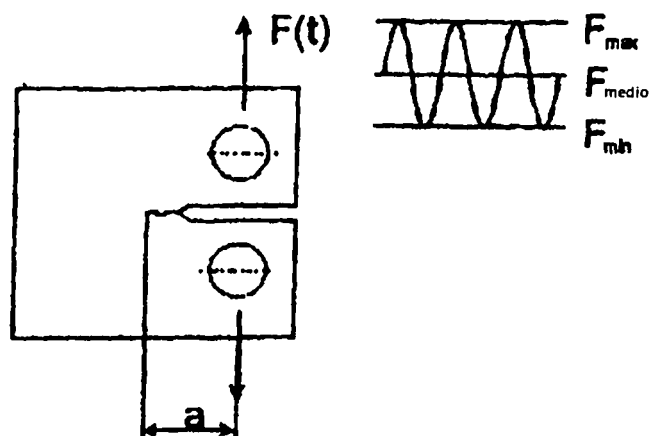


Fig. 2

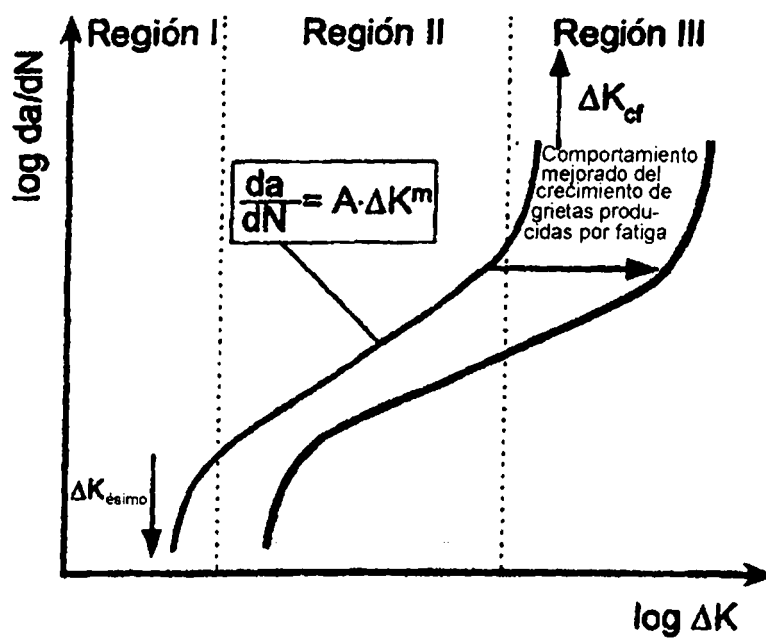


Fig. 3

