

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 369 509**

51 Int. Cl.:  
**B29C 47/00** (2006.01)  
**C08J 3/20** (2006.01)  
**C08J 5/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08759138 .4**  
96 Fecha de presentación: **10.06.2008**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2160278**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **10.03.2010**

54 Título: **PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO POLIMÉRICO CONDUCTOR.**

30 Prioridad:  
**23.06.2007 DE 102007029008**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.12.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.12.2011**

73 Titular/es:  
**BAYER MATERIALSCIENCE AG  
51373 LEVERKUSEN, DE**

72 Inventor/es:  
**BIERDEL, Michael;  
BUCHHOLZ, Sigurd;  
MICHELE, Volker;  
MLECZKO, Leslaw;  
RUDOLF, Reiner y  
WOLF, Aurel**

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 369 509 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

Procedimiento para la preparación de un material compuesto polimérico conductor

5 La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un material compuesto polimérico eléctricamente conductor con menor resistencia superficial a base de polímeros termoplásticos y nanotubos de carbono, en el que se dispersa una mezcla de nanotubos de carbono–masa fundida polimérica en un extrusor sinfín de doble eje y luego se extrude. Los nanotubos de carbono se denominan a continuación abreviadamente “CNT”.

10 Un procedimiento comparable en principio se conoce del documento WO 2005/014259 A1. Según él, se combina una mezcla de CNT–polímero en operación discontinua en un extrusor sinfín de doble eje con ejes cónicos paralelos y un canal de reflujo y se extrude después de varios pasos por el extrusor. El procedimiento es apropiado sólo a escala de laboratorio, las cantidades procesadas son de 4–15 gramos. Una transferencia a la escala industrial (es decir, una producción del orden de toneladas por hora) no es posible o al menos extremadamente difícil, ya que los aparatos de base no son apropiados para una operación continua en gran escala. La dispersión de CNT se produce en este caso esencialmente por fuerzas hidrodinámicas.

15 En el documento WO 2001/092381 A1, se describe un procedimiento en el que se prepara una mezcla de CNT–polímero, en donde la dispersión de CNT se produce en la masa fundida polimérica por fuerzas hidrodinámicas. El procedimiento se puede ejecutar en un extrusor, un reómetro o un dispositivo de hilado de fibras.

20 Es objetivo de la invención dispersar aglomerados de CNT fuertemente avillados con un diámetro medio de 0,5 – 2 mm, tal como se obtienen por ejemplo según el documento WO 2006/050903 A2 por separación catalítica en fase gaseosa, en una masa fundida polimérica e individualizar los CNT y distribuirlos de forma homogénea en un polímero de modo tal que los CNT formen en el polímero una red tridimensional eléctricamente conductiva. En especial, el procedimiento debe ser apropiado para la dispersión de nanotubos de carbono de varias paredes (Multiwalled Carbon Nanotubes; abreviado como MWNT). Además, el procedimiento debería poderse modificar (ser aplicable) sin problema para productos a escala industrial, es decir, llevar a escala de toneladas con gran producción.

25 Este objetivo se soluciona según la invención partiendo del procedimiento descrito al comienzo, por el hecho de que se lleva polímero termoplástico en fase sólida junto con los nanotubos de carbono (CNT) a la entrada principal de un extrusor sinfín de doble eje que rotan en el mismo o un extrusor anular o un extrusor de rodillo planetario o coamasadora con ejes no cónicos, y los CNT se predispersan en la zona de alimentación por fricción de sustancias sólidas, formando una mezcla de sustancias sólidas, el polímero o los polímeros se funden en una zona de fundición posterior, así como los CNT se siguen dispersando en esta zona de fundición preponderantemente por fuerzas hidrodinámicas y se distribuyen de manera homogénea en otras zonas en la masa fundida polimérica.

La dispersión de los MWNT solo por aplicación de fuerzas hidrodinámicas, tal como se describe en el documento WO 2001/092381 A1, no fue exitosa para los MWNT obtenidos a partir del proceso catalítico en fase gaseosa.

35 En un procedimiento preferido, se regula el aporte energético mecánico específico en el extrusor sinfín a un valor en el intervalo de 0,1 kWh/kg a 1 kWh/kg, con preferencia de 0,2 kWh/kg a 0,6 kWh/kg y el tiempo de permanencia mínimo se regula en un valor de 6 s a 90 s, con preferencia de 8 s a 30 s.

40 Se esperaba que, con un aporte energético creciente, se podían individualizar mejor los CNT, pero la longitud de los CNT continuaba reduciéndose. Como la conductividad eléctrica según la teoría general se reduce con menor relación de largo / diámetro (relación L/D) –con contenido constante de CNT y grado de dispersión–, debería con mayor aporte de energía primero subir por la mejor individualización de los, y luego volver a bajar debido a la relación L/D de los CNT que se reduce. Sorprendentemente, se halló que también con un alto aporte de energía, la conductividad eléctrica no vuelve a bajar.

45 El procedimiento según la invención ofrece la ventaja de que se pueden preparar de manera económicamente eficaz materiales compuestos de CNT–polímero con CNT distribuidos homogéneamente en la matriz polimérica y alta conductividad eléctrica, alta termoconductividad y muy buenas propiedades mecánicas en escala industrial.

Con preferencia, se usan en el nuevo procedimiento nanotubos de carbono de varias paredes (multiwalled).

Con preferencia especial, se usan nanotubos de carbono con una relación de largo a diámetro exterior de más de 5, con preferencia de más de 100.

50 Los nanotubos de carbono se usan con preferencia especial en forma de aglomerados, en donde los aglomerados tienen en especial un diámetro medio en el intervalo de 0,5 – 2 mm. Otro procedimiento preferido se caracteriza porque los nanotubos de carbono presentan un diámetro medio de 3 a 100 nm, con preferencia de 3 a 80 nm.

Los CNT dados a conocer por el documento WO 2006/050903 A2 se usan con preferencia especial en el nuevo procedimiento.

Como polímero termoplástico se usa preferentemente por lo menos uno de la serie de policarbonato, poliamida, poliéster, en especial, poli(tereftalato de butileno) y poli(tereftalato de etileno), poliéter, poliuretano termoplástico, poliacetato, polímero fluorado, en especial, poli(fluoruro de vinilideno), polietersulfona, poliolefina, en especial, polietileno y polipropileno, poliimida, poliacrilato, en especial, poli(metacrilato de metilo), poli(óxido de fenileno), sulfuro de polifenileno, polietercetona, poliariletercetona, polimerizados de estireno, en especial, poliestireno, copolímeros de estireno, en especial, copolímero de estirenoacrilnitrilo, caucho de acrilato (ASA), copolímeros de bloque de acrilnitrilbutadienoestireno y poli(cloruro de vinilo).

Además, es objeto de la invención un material compuesto de nanotubos de carbono-polímero obtenido por el procedimiento según la invención.

También es objeto de la invención el uso del material compuesto de nanotubos de carbono-polímero obtenido según el procedimiento según la invención.

A continuación, se explica con mayor detalle la invención por medio de los ejemplos de realización y los dibujos.

La Fig. 1 muestra un esquema de procedimiento de una instalación para realizar el procedimiento.

La Fig. 2 muestra una representación esquemática en sección longitudinal del extrusor sinfín de doble eje usado en la instalación según la Fig. 1.

La Fig. 3 muestra una disposición de medición para la determinación de la resistencia superficial eléctrica de los materiales compuestos de CNT-polímero

### Ejemplos

La instalación según la Fig. 1 está compuesta en el centro por un extrusor sinfín de doble eje 1 con una tolva de llenado 2, una descarga de producto 3 y una tobera de desgasificación 4. Los dos ejes sinfín que rotan en el mismo sentido (no se muestran) del extrusor 1 son accionados por el motor 5. Los componentes del material compuesto de nanotubos de carbono-polímero (polímero 1, aditivos (por ejemplo, antioxidantes, estabilizantes UV, agentes desmoldantes), CNT, eventualmente polímero 2) son transportados a través de alimentadores 8 – 11 en el embudo de alimentación 2 del extrusor 1. Los tramos de masa fundida que salen de la placa de tobera 3 se enfrían en un baño de agua 6 y se solidifican y luego se trituran con un granulador 7.

El extrusor sinfín de doble eje 1 (véase la Fig. 2) presenta, entre otras cosas, una carcasa compuesta por diez piezas, en la que están dispuestos dos ejes sinfín que rotan en el mismo sentido y se engranan entre sí (no mostrados). Los componentes por formar incl. los aglomerados de CNT, se llevan al extrusor 1 a través del embudo de entrada 2 dispuesta en la parte de la carcasa 12.

En el área de las piezas de carcasa 12 a 13, se halla una zona de alimentación que está compuesta con preferencia de elementos roscados con un aumento de marcha de 2 veces el diámetro del eje sinfín (abreviado: 2 D) a 0,9 D. Mediante los elementos roscados, se transportan los aglomerados de CNT junto con los demás componentes del material compuesto de nanotubos de carbono-polímero hacia la zona de fundición 14, 15 y los aglomerados de CNT se mezclan intensamente y se predispersan por fuerzas de fricción entre el granulado polimérico que se halla en fase sólida y el polvo de CNT que también se halla en fase sólida.

En el área de las piezas de la carcasa 14 a 15, se halla la zona de fundición que preferentemente está compuesta por bloques de amasado; independientemente del polímero, también se puede usar, de modo alternativo, una combinación de bloques de amasado y elementos de mezclado. En la zona de fundición 14, 15 se funden los componentes poliméricos y los CNT y aditivos predispersados se siguen dispersando y se mezclan intensamente con los demás componentes del material compuesto. La temperatura de calentamiento de la carcasa del extrusor en el área de la zona de fundición 14, 15 se regula a un valor que es mayor que la temperatura de fusión del polímero (en termoplásticos parcialmente cristalinos) o bien la temperatura de transición vítrea (en termoplásticos amorfos).

En el área de las piezas de la carcasa 16 a 19, está prevista además de la zona de fundición 14, 15 entre los elementos de transporte de los ejes sinfín, una zona de posdispersión. Presenta elementos de amasado y de mezcla que producen una transposición frecuente de las corrientes de masa fundida y una amplia distribución de los tiempos de espera. De esta manera, se logra una distribución particularmente homogénea de los CNT en la masa fundida polimérica. Se lograron muy buenos resultados con elementos de mezcla dentados. Además, para la mezcla de los CNT, también se pueden usar elementos de mezcla sinfín, discos excéntricos, elementos de retransporte, etc. Alternativamente también se pueden conectar después varias zonas de posdispersión, a fin de intensificar la dispersión fina. Es importante para lograr una distribución lo más homogénea posible de CNT en el polímero en todo caso la combinación de la predispersión en fase sólida, la dispersión principal al fundirse el o los polímeros y la dispersión fina posconectada que tiene lugar en la fase líquida.

La eliminación de sustancias volátiles se produce en una zona de desgasificación en la pieza de carcasa 20 a través de una abertura de desgasificación 4, que está conectada con un dispositivo de aspiración (no mostrado). La zona de desgasificación está compuesta por elementos roscados con una altura de paso de al menos 1 D.

La última pieza de la carcasa 21 contiene una zona de aumento de presión en cuyo extremo sale el producto compuesto y desgasificado del extrusor. La zona de aumento de presión 21 presenta elementos roscados con un aumento de marcha entre 0,5 D y 1,5 D.

5 Los granulados obtenidos de material compuesto de CNT–polímero se pueden seguir procesando luego con todos los procedimientos conocidos de procesamiento de termoplásticos. En especial se pueden producir cuerpos moldeados por moldeo por inyección.

10 La medición de la resistencia superficial eléctrica se realizó tal como se representa en la Fig. 3. En el cuerpo de muestra 22 circular preparado con ayuda de la técnica de moldeo por inyección con un diámetro de 80 mm y un espesor de 2 mm, se aplican dos tiras de plata conductora 23, 24, cuya longitud B coincide con su distancia L, de modo que se define una superficie cuadrada sq (square). Luego se presionan los electrodos de un medidor de resistencia 25 sobre las tiras de plata conductora 23, 24 y se lee el valor de resistencia en el medidor 25. Como tensión de medición con resistencias de  $3 \times 10^7$  Ohm/sq se usan 9 voltios y a partir de  $3 \times 10^7$  Ohm/sq, 100 voltios.

### Ejemplo 1

15 La incorporación de nanotubos de carbono de varias paredes (producto comercial: Baytubes® C 150P (CNT fabricados después de separación catalítica en fase gaseosa según el documento WO 2006/050903 A2), fabricante: Bayer MaterialScience AG) en policarbonato (PC) (producto comercial: Makrolon® 2800, fabricante Bayer MaterialScience AG) se realiza en un extrusor sinfín de dos ejes de tipo ZSK 26Mc (Coperion Werner & Pfeleiderer). En el ensayo 1 y 2, se dosifican tanto el granulado polimérico como también los CNT a través de la entrada principal o la tolva de llenado 2 en el extrusor. En el ensayo 3 y 4 (ensayos comparativos), se dosifica el polímero en la  
20 entrada principal 2 y los CNT se alimentan a través de una entrada lateral (en la Fig. 2 mostrados con línea de puntos en la pieza de carcasa 16) a la masa fundida polimérica.

Los parámetros de proceso están representados en la siguiente Tabla 1.

La temperatura de la masa fundida se mide con un sensor de temperaturas usual en el mercado directamente en el tramo de masa fundida que sale de la placa de tobera 3.

25 El aporte de energía mecánica específico se calcula por medio de la siguiente ecuación: aporte de energía mecánica específico =  $2 * \pi * \text{velocidad} * \text{momento de torsión de los ejes} / \text{producción}$

La cantidad y el diámetro de los aglomerados de CNT no completamente dispersados contenidos en el material compuesto de nanotubos de carbono–polímero se miden por medio de un microscopio óptico en un tramo de 5 cm de largo de material compuesto de CNT–polímero.

30 Tabla 1

			Ensayo N.º 1: PC127	Ensayo N.º 2: PC128	Ensayo N.º 3: PC130	Ensayo N.º 4: PC131
Porcentaje de CNT	% en peso		0,2	0,2	0,2	0,2
Producción	kg/h		18	25	18	25
Velocidad	l/min		400	600	400	600
Aporte de energía mecánica específico	kWh/kg		0,2977	0,3133	0,2901	0,3133
Temperatura de la carcasa en la zona de fundición	°C		240	240	240	240
Temperatura de fusión	°C		328	346	330	348
Cantidad de partículas en el intervalo del diámetro	µm	0,5 – 10	30	20	80	60
		10 – 20	6	3	20	30
		20 – 40	2	1	20	30
		40 – 60	0	0	0	0

Se ha aprecia inequívocamente que, con una dosificación de los CNT en la entrada principal (ensayo 1 y 2), se logra una dispersión considerablemente mayor (= esencialmente menos aglomerados residuales de CNT en todas las clases de magnitudes) que al alimentar los CNT en la masa fundida polimérica (ensayo 3 y 4). De ello resulta que una dispersión de los aglomerados de CNT por fuerzas puramente hidrodinámicas (en el caso de los ensayos comparativos 3 y 4) es insuficiente.

**Ejemplo 2 (variación del porcentaje de CNT)**

La incorporación de nanotubos de carbono de varias paredes (producto comercial: Baytubes® C 150P (CNT fabricados después de la separación catalítica en fase gaseosa según el documento WO 2006/050903 A2), fabricante Bayer MaterialScience AG) en policarbonato (PC) (producto comercial: Makrolon® 2800, fabricante Bayer MaterialScience AG) se realiza de acuerdo con el procedimiento según la invención en un extrusor sinfín de doble eje de tipo ZSK 26Mc (Coperion Werner & Pfleiderer).

El granulado polimérico y los CNT se dosifican a través de la entrada principal 2 del extrusor. Los granulados obtenidos se moldean luego por inyección en probetas y se mide su resistencia superficial eléctrica tal como se representa en la Fig. 3. En las placas circulares (probetas) fabricadas con ayuda de la técnica de moldeo por inyección se aplicaron dos tiras de plata conductiva cuyo largo es igual a su distancia L. Luego se presionaron los electrodos de un medidor de resistencia sobre las tiras de plata conductiva y se leyó el valor de resistencia en el medidor. Como tensión de medición, se usó en caso de resistencias de hasta  $3 \times 10^7$  Ohm/sq, 9 voltios y a partir de  $3 \times 10^7$  Ohm/sq, 100 voltios.

La resistencia superficial del Makrolon® 2800 puro es según la hoja de datos del fabricante de 1016 Ohm/sq.

Los parámetros de proceso y las resistencias superficiales medidas están representados en la siguiente Tabla 2.

El tiempo de permanencia mínimo se determinó de la siguiente manera:

Primero se extruyó PC puro, hasta que se salió un tramo visible del cuerpo de la boquilla 3. Luego se dosificó adicionalmente al granulado de PC aproximadamente 0,5 g de CNT en la entrada principal 2 del extrusor y el tiempo se midió con un cronómetro hasta que el tramo de masa fundida que salía del cuerpo de la boquilla 3 se decolorara. Este tiempo es el tiempo de permanencia mínimo.

Tabla 2

		Ensayo N.º 5: PC433	Ensayo N.º 6: PC434	Ensayo N.º 7: PC435	Ensayo N.º 8: PC436
Porcentaje de CNT	% en peso	2	3	5	7,5
Producción	kg/h	26	26	24	22
Velocidad	l/min	400	400	400	400
Aporte de energía mecánica específico	kWh/kg	0,263	0,2562	0,2849	0,3148
Temperatura de la carcasa en la zona de fundición	°C	205	205	205	205
Tiempo de permanencia mínimo	s	10,2	10,2	10,7	11,4
Resistencia superficial	Ohm/sq	$1,58 \times 10^5$	$7,74 \times 10^3$	$2,48 \times 10^3$	$4,98 \times 10^2$

**Ejemplo 3 (variación del aporte de energía)**

La incorporación de nanotubos de carbono de varias paredes (producto comercial: Baytubes® C 150P (CNT fabricados después de separación catalítica en fase gaseosa según el documento WO 2006/050903 A2), fabricante

Bayer Technology Services) en policarbonato (PC) (producto comercial: Makrolon® 2800, fabricante Bayer MaterialScience AG) se realiza según el procedimiento de acuerdo con la invención en un extrusor sinfín de dos ejes de tipo ZSK 26Mc (Coperion Werner & Pfleiderer).

5 El granulado polimérico y los CNT se dosifican a través de la entrada principal 2 del extrusor. Los granulados obtenidos se moldean luego por moldeo en probetas y su resistencia superficial eléctrica se mide tal como se representa en la Fig. 3.

Los parámetros y proceso y las resistencias superficiales medidas están representados como en la siguiente Tabla 3.

Tabla 3

		Ensayo N.º 9: PC415	Ensayo N.º 10: PC408	Ensayo N.º 11: PC409	Ensayo N.º 12: PC410	Ensayo N.º 13: PC396
Porcentaje de CNT	% en peso	5	5	5	5	5
Producción	kg/h	24	27	18	9	3
Velocidad	l/min	400	600	600	600	200
Aporte de energía mecánica específico	kWh/kg	0,2849	0,296	0,3848	0,592	0,7252
Temperatura de la carcasa en la zona de fundición	°C	205	205	205	205	205
Tiempo de permanencia mínimo	s	10,7	8,9	12,1	23	73
Resistencia superficial	Ohm/sq	$6,45 \times 10^3$	$3,65 \times 10^3$	$2 \times 10^3$	$1,83 \times 10^3$	$5,13 \times 10^3$

10

Se ha de observar que la resistencia primero baja con un mayor aporte de energía, pero luego aumenta claramente con alto aporte de energía no como se esperaba por trituración de CNT, sino que queda por debajo del nivel con bajo aporte de energía (ensayo 9).

**Ejemplo 4 (variación del porcentaje de CNT)**

15 La incorporación de nanotubos de carbono de varias paredes (producto comercial: Baytubes® C 150P (CNT fabricados después de la separación catalítica en fase gaseosa según el documento WO 2006/050903 A2), fabricante: Bayer MaterialScience AG) en tereftalato de polibutileno (PBT) (producto comercial: Pocan® B 1600, fabricante Lanxess Alemania GmbH) se realiza de acuerdo con el procedimiento según la invención en un extrusor sinfín de dos ejes de tipo ZSK 26Mc (coperion Werner & Pfleiderer).

20 El granulado polimérico y los CNT se dosifican a través de la entrada principal 2 del extrusor. Los granulados obtenidos se moldean luego por inyección en probetas y su resistencia superficial eléctrica se mide tal como se representa en la Fig. 3.

La resistencia superficial de Pocan® B 1600 puro es según el banco de datos Campus  $>10^{15}$  Ohm/sq.

Los parámetros de proceso y las resistencias superficiales medidas están representados en la siguiente Tabla 4.

25 Tabla 4

		Ensayo N.º 14: PBT2	Ensayo N.º 15: PBT3	Ensayo N.º 16: PBT4	Ensayo N.º 17: PBT5
Porcentaje de CNT	% en peso	2	3	5	7,5
Producción	kg/h	15	17	19	19
Velocidad	l/min	400	400	400	400

Aporte de energía mecánica específico	kWh/kg	0,4440	0,3917	0,3692	0,3692
Temperatura de la carcasa en la zona de fundición	°C	205	205	205	205
Tiempo de permanencia mínimo	s	16,1	15,7	14,2	14,2
Resistencia superficial	Ohm/sq	$1,46 \times 10^8$	$2,24 \times 10^5$	$7,61 \times 10^2$	$9,33 \times 10^1$

**Ejemplo 5 (variación del porcentaje de CNT)**

5 La incorporación de nanotubos de carbono de varias paredes (producto comercial: Baytubes® C 150P (CNT fabricados después de la separación catalítica en fase gaseosa según el documento WO 2006/050903 A2), fabricante: Bayer MaterialScience AG) en poliamida 6 (PA 6) (producto comercial: Duretan® B 29, fabricante Lanxess Alemania GmbH) se realiza de acuerdo con el procedimiento según la invención en un extrusor sinfín de dos ejes de tipo ZSK 26Mc (coperion Werner & Pfleiderer).

10 El granulado polimérico y los CNT se dosifican a través de la entrada principal 2 del extrusor. Los granulados obtenidos se moldean luego por inyección en probetas y su resistencia superficial eléctrica se mide tal como se representa en la Fig. 3.

La resistencia superficial de Duretan® B 30 puro, que es comparable al Duretan® B 29 utilizado, es según el banco de datos Campus de  $10^{13}$  Ohm/sq.

Los parámetros de proceso y las resistencias superficiales medidas están representados en la siguiente Tabla 5.

Tabla 5

		Ensayo N.º 18: PA58	Ensayo N.º 19: PA59	Ensayo N.º 20: PA60
Porcentaje de CNT	% en peso	3	5	7,5
Producción	kg/h	24	22	21
Velocidad	l/min	400	400	400
Aporte de energía mecánica específico	kWh/kg	0,2812	0,3027	0,3213
Temperatura de la carcasa en la zona de fundición	°C	190	190	190
Tiempo de permanencia mínimo	s	10,7	11,4	11,7
Resistencia superficial	Ohm/sq	$>1,00 \times 10^{11}$	$1,53 \times 10^6$	$6,16 \times 10^5$

15

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento para la preparación de un material conductivo compuesto de nanotubos de carbono-polímero, en el que se mezclan nanotubos de carbono y polímero termoplástico en un extrusor sinfín de doble eje o extrusor anular o extrusor de rodillos planetarios o coamasador con ejes no cónicos que rotan en el mismo sentido y luego se extruden, caracterizado porque
- a) los nanotubos de carbono se llevan junto con el polímero o los polímeros y eventualmente aditivos en fase sólida a la entrada principal (2) del extrusor sinfín (1), los nanotubos de carbono se predispersan en la zona de entrada (12, 13) por fricción de sustancias sólidas formándose una mezcla de sustancias sólidas y en la zona de fundición (14, 15) se siguen dispersando preponderantemente por fuerzas hidrodinámicas, y
- 10 b) la mezcla resultante se sigue posdispersando en al menos otra zona (16, 17, 18, 19) del extrusor sinfín (1) y los nanotubos de carbono se distribuyen homogéneamente en la masa fundida polimérica
- y porque el aporte de energía mecánica específico en el extrusor sinfín (1) se regula en un valor en el intervalo de 0,1 kWh/kg a 1 kWh/kg y el tiempo de permanencia mínimo se regula en un valor en el intervalo de 6 s a 90 s.
- 15 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el aporte de energía mecánica específico en el extrusor sinfín (1) se regula en el intervalo de 0,2 kWh/kg a 0,6 kWh/kg y el tiempo de permanencia mínima se regula en el intervalo de 8 s a 30 s.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque se usan nanotubos de carbono de varias paredes (multiwalled).
- 20 4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 – 3, caracterizado porque se usan nanotubos de carbono con una relación de largo a diámetro exterior de más de 5.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque los nanotubos de carbono se usan como aglomerados.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque los nanotubos de carbono presentan un diámetro medio de 3 a 100 nm.
- 25 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el polímero termoplástico es por lo menos uno de la serie de policarbonato, poliamida, poliéster, en especial, poli(tereftalato de butileno) y poli(tereftalato de etileno), poliéter, poliuretano termoplástico, poliacetal, polímero fluorado, polietersulfona, poliolefina, poliimida, poliacrilato, poli(óxido de fenileno), poli(sulfuro de fenileno), polietercetona, poliariletercetona, polimerizados de estireno, copolímeros de estireno, caucho de acrilato (ASA), copolímeros de bloque de acrilonitrilobutadienoestireno y poli(cloruro de vinilo).
- 30 8. Material compuesto de nanotubos de carbono-polímero obtenido por un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7.
9. Uso del material compuesto de nanotubos de carbono-polímero de acuerdo con la reivindicación 8 para la producción de cuerpos moldeados.

35



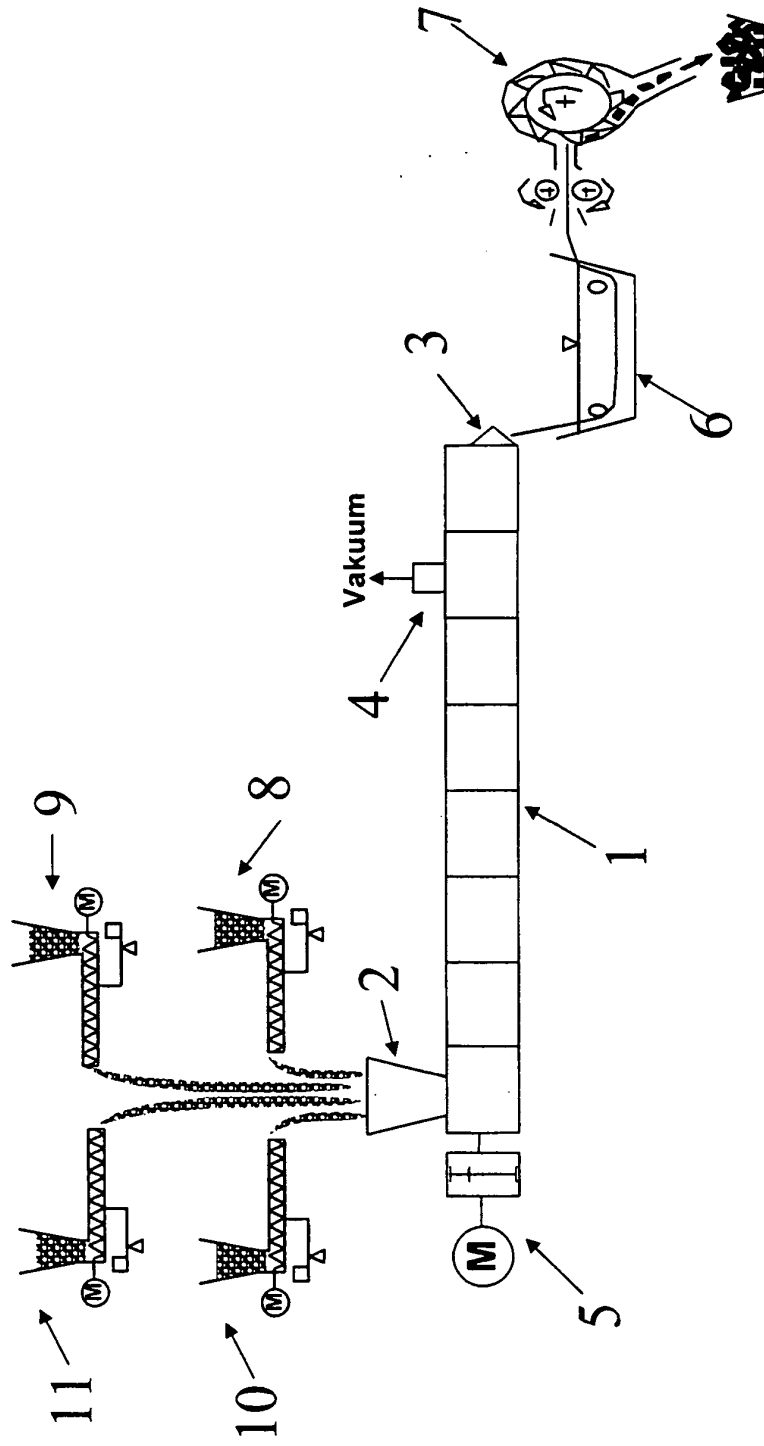


Fig. 1

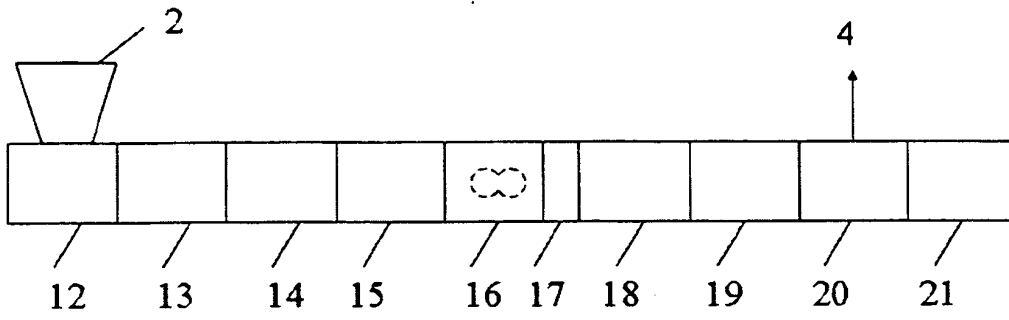


Fig. 2

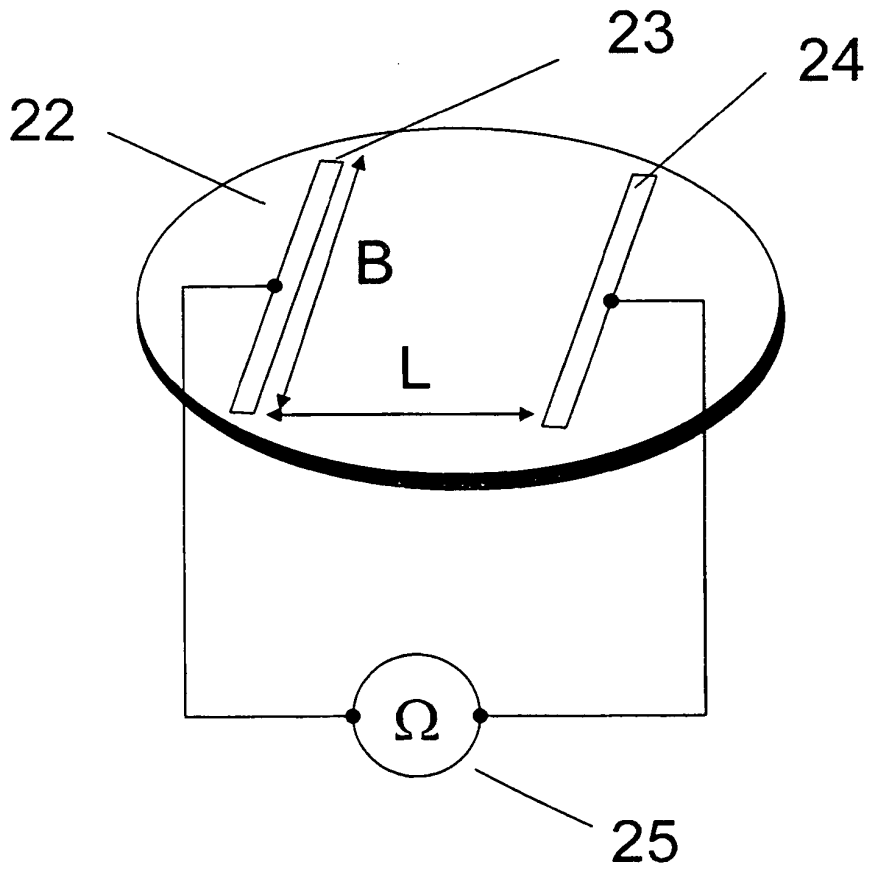


Fig. 3