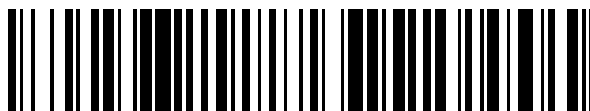


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 406 710**

51 Int. Cl.:

C08G 69/26 (2006.01)

C08G 69/28 (2006.01)

C08J 5/04 (2006.01)

C08K 7/14 (2006.01)

C08L 77/00 (2006.01)

C08K 7/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.01.2009 E 09705528 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2013 EP 2247649**

54 Título: **Material de moldeo de poliamida[5,10] reforzado con fibras.**

30 Prioridad:

31.01.2008 EP 08101120

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

07.06.2013

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**YAMAMOTO, MOTONORI;
JEONG, WEOL KYU;
SCHNELLER, ARNOLD;
SCHEIBITZ, MATTHIAS;
GRUBER, FREDDY y
DEININGER, JÜRGEN**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 406 710 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 de moldeo de poliamida[5,10] reforzado con fibras

La presente invención hace referencia a materiales de moldeo de poliamida[5,10] que contienen:

A) 40 a 90 % en peso de una poliamida[5,10],

5 B) 10 a 60 % en peso de materiales de relleno que contienen fibras o minerales,

C) 0 a 20 % en peso de sustancias aditivas adicionales,

en donde la suma de los porcentajes en peso de los componentes A) a C) da como resultado el 100%.

10 Además, la presente invención hace referencia a un método para la fabricación de esta clase de materiales de moldeo, a la utilización de esta clase de materiales de moldeo para la fabricación de cuerpos moldeados de diferentes clases, y a los cuerpos moldeados que se pueden obtener en este caso, preferentemente piezas de la carrocería de vehículos a motor o componentes electrónicos de diferentes clases, láminas y fibras.

15 De la patente WO2007/113127 se conoce un método para la fabricación de pentametilendiamina, y su policondensación con ácidos dicarboxílicos alifáticos para obtener poliamidas. Sobre la poliamida[5,10] se conoce poco en la literatura. Las poliamidas reforzadas con fibras usuales en el comercio, como la poliamida[6] o la poliamida[6,10], generalmente no presentan una calidad satisfactoria de superficie. En particular, dicha calidad insuficiente de superficie se presenta en las poliamidas teñidas de negro.

El objeto de la presente invención consiste en incrementar la calidad de la superficie de las poliamidas reforzadas con fibras, particularmente las teñidas de negro, sin perjudicar las propiedades mecánicas de dichas poliamidas.

20 De manera sorprendente, las poliamidas[5,10] conforme a la presente invención presentan una calidad de la superficie considerablemente mejor, en comparación con los materiales de moldeo comparables PA[6] y PA[6,1 0]. Simultáneamente se mejoran también las propiedades mecánicas, como por ejemplo, la fluidez y la contracción de moldeo.

25 Las poliamidas[5,10] se pueden fabricar como se ha descrito en la patente WO 2007/113127. Los materiales de moldeo conformes a la presente invención, contienen la poliamida[5,10] (componente A) en una proporción de 40 a 90 % en peso, preferentemente de 55 a 88 % en peso, y particularmente de 60 a 80 % en peso.

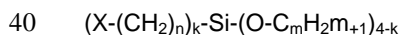
Como materiales de relleno que contienen fibras B) se mencionan las fibras de carbono, las fibras de vidrio o las fibras naturales, que se utilizan en cantidades de 10 a 60 % en peso, particularmente de 15 a 40 % en peso, preferentemente de 20 a 35 % en peso.

30 Como materiales de relleno preferidos en forma de fibras, se mencionan las fibras de vidrio, las fibras de carbono, las fibras de aramida y las fibras de titanato de potasio, en donde las fibras de vidrio se prefieren particularmente como vidrio E. Dichas fibras se pueden utilizar como fibras roving o particularmente como vidrio cortado, en las formas usuales en el comercio. Las fibras presentan en general un diámetro de 3 a 30 µm, preferentemente de 6 a 20 µm, y de manera particularmente preferente de 8 a 15 µm. La longitud de fibra en el compuesto, asciende generalmente de 20 a 1000 µm, preferentemente de 180 a 500 µm, y de manera particularmente preferente de 200 a 35 400 µm.

Como fibras naturales se consideran las fibras de celulosa, fibras de cáñamo, sisal o kenaf.

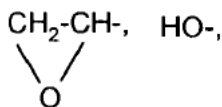
Los materiales de relleno en forma de fibras, se pueden someter a un tratamiento superficial previo para una mejor compatibilidad con los termoplásticos, con un compuesto de silano.

Los compuestos de silano apropiados son aquellos de la fórmula general:



en la que los sustituyentes presentan el siguiente significado:

X NH₂-,



n un número entero de 2 a 10, preferentemente de 3 a 4

m un número entero de 1 a 5, preferentemente de 1 a 2

k un número entero de 1 a 3, preferentemente 1

- 5 Los compuestos de silano preferidos son aminopropiltrimetoxisilano, aminobutiltrimetoxisilano, aminopropiltriethoxisilano, aminobutiltriethoxisilano, así como los silanos correspondientes que contienen un grupo glicidil como sustituyente X.

10 Los compuestos de silano se utilizan para el recubrimiento de la superficie generalmente en cantidades de 0,01 a 2 % en peso, preferentemente de 0,025 a 1,0 % en peso, y particularmente de 0,05 a 0,5 % en peso (en relación con B).

15 Como materiales de relleno B apropiados que contienen minerales, se puede utilizar un material de relleno mineral con una estructura acicular muy marcada. Como ejemplo se menciona la wollastonita acicular. Preferentemente, el mineral presenta una relación de diámetro/longitud de 8 : 1 a 35 : 1, preferentemente de 8 : 1 a 11 : 1. El material de relleno mineral se puede someter eventualmente a un tratamiento previo con los compuestos de silano anteriormente mencionados, sin embargo, el tratamiento previo no resulta absolutamente necesario.

Como materiales de relleno minerales adicionales B), en forma de partículas, se mencionan el talco, caolín, caolín calcinado, wollastonita y tiza, así como adicionalmente materiales de relleno en forma de escamas o aciculares, preferentemente en cantidades de entre 10 y 60 % en peso, particularmente entre 10 y 50 % en peso. Preferentemente, se utilizan para ello boemita, bentonita, montmorillonita, vermiculita, hectorita y laponita.

- 20 Se ha comprobado que los pigmentos como nigrosina, dióxido de titanio, sulfuro de cinc, azul ultramar, óxido de hierro, antraquinonas, quinacridonas, ftalocianinas, perilenos o sus mezclas, son sustancias aditivas apropiadas C). De manera particularmente preferente, se utilizan sustancias aditivas con nanopartículas.

25 Conforme a la presente invención, como componente C) se adiciona un aditivo conductor de electricidad. Preferentemente, sólo se utiliza un aditivo conductor de electricidad, sin embargo, eventualmente se pueden utilizar también dos o más aditivos conductores de electricidad. Como aditivos conductores de electricidad resultan apropiados, por ejemplo, los nanotubos de carbono, el grafito o el negro de carbón. Se prefiere particularmente la utilización de negro de carbón. Además del incremento de la conductividad, dicho aditivo se ocupa del teñido de negro.

30 La adición de preferentemente negro de carbón y grafito, se realiza en general en cantidades de entre 0,01 y 20 % en peso, preferentemente entre 0,01 y 10 % en peso, y de manera particularmente preferente entre 0,01 y 5 % en peso.

35 En la presente invención, como nanotubos de carbono se consideran las macromoléculas que contienen carbono, en las que el carbono presenta principalmente una estructura de grafito, y las capas de grafito individuales se disponen de forma tubular. Los nanotubos, así como sus síntesis, se conocen previamente de la literatura (por ejemplo, J. Hu y otros, Acc. Chem. Res. 32 (1999), 435 - 445). En la presente invención se puede utilizar básicamente cualquier clase de nanotubos.

40 Preferentemente, el diámetro de las capas de grafito individuales que presentan una forma tubular (tubos de grafito) asciende de 4 a 12 nm, particularmente de 5 a 10 nm. En principio, los nanotubos se pueden diferenciar en los denominados nanotubos de pared simple (SWNTs) y los nanotubos de paredes múltiples (MWNTs). Por consiguiente, en los MWNTs una pluralidad de tubos de grafito se encuentran colocados uno sobre otro.

Además, la forma exterior de los tubos puede variar, puede presentar un diámetro uniforme tanto en el interior y como en el exterior, sin embargo, también se pueden fabricar tubos con forma de nudo y estructuras vermiculares.

La relación entre dimensiones (longitud del respectivo tubo de grafito en relación con su diámetro) es, al menos, > 10, preferentemente > 5. Los nanotubos presentan una longitud de, al menos, 10 nm. En la presente invención, se

prefieren como componente E) los MWNTs. En particular, los MWNTs presentan una relación entre dimensiones de aproximadamente 1000 : 1, así como una longitud media de alrededor de 10.000 nm.

La superficie específica de acuerdo con BET, asciende generalmente de 50 a 2000 m²/g, preferentemente de 200 a 1200 m²/g. Las impurezas que se generan en la preparación catalítica (por ejemplo, óxido metálico), de acuerdo con la microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM), ascienden en general de 0,1 a 12 %, preferentemente de 0,2 a 10 %.

Los nanotubos apropiados se pueden obtener bajo la denominación "multiwall" de la empresa Hyperion Catalysis Int., Cambridge MA (USA), (observar también las patentes EP 205 556, EP 969 128, EP 270 666, US 6,844,061).

Como negro de carbón conductor, se puede utilizar cualquier forma usual de negro de carbón, resulta apropiado, por ejemplo, el producto comercial Ketjenblack 300 de la empresa Akzo.

Para modificar la conductividad eléctrica, también se puede utilizar negro de carbón conductor. Condicionado por las capas con estructura de grafito, que se encuentran incorporadas en carbono amorfo, el negro de carbón conduce electrones (F. Camona, Ann. Chim. Fr. 13, 395 (1988)). La conducción eléctrica se realiza en el interior de los agregados compuestos por partículas de negro de carbón, y entre los agregados cuando las distancias entre los agregados son lo suficientemente reducidas. Para lograr la conductividad eléctrica ante una dosificación en lo posible reducida, se utilizan preferentemente negros de carbón que presentan una estructura anisótropa (G. Wehner, Avances en la tecnología de plásticos, APT 2005, documento 11, Katowice 2005). En el caso de esta clase de negros de carbón, las partículas primarias se condensan para obtener estructuras anisótropas, de manera que para lograr la conductividad eléctrica se obtienen las distancias necesarias de las partículas de negro de carbón, en compuestos con una carga comparativamente reducida (C. Van Bellingen, N. Probst, E. Grivei, Avances en la tecnología de plásticos, APT 2005, documento 13, Katowice 2005).

Los tipos de negro de carbón apropiados presentan, por ejemplo, una absorción de aceite (medida de acuerdo con el método ASTM D 2414-01) de, al menos, 60 ml/100g, preferentemente mayor a 90 ml/100 g. La superficie BET de productos apropiados, es mayor a 50 m²/g, preferentemente mayor a 60 m²/g (medido de acuerdo con el método ASTM D 3037-89). Sobre la superficie del negro de carbón se pueden encontrar diferentes grupos funcionales. La fabricación de los negros de carbón conductores se puede realizar de acuerdo con diferentes métodos (G. Wehner, Avances en la tecnología de plásticos, APT 2005, documento 11, Katowice 2005).

Además, también se puede utilizar grafito como aditivo conductor eléctrico. Como grafito se considera una modificación del carbono, como se describe, por ejemplo, en la literatura A. F. Hollemann, E. Wieberg, N. Wieberg, "Manual de química inorgánica", edición 91-100, páginas 701-702. El grafito está compuesto por capas de carbono planas que se encuentran dispuestas unas sobre otras. El grafito se puede fraccionar mediante molienda. El tamaño de partícula se encuentra en el rango de 0,01 µm a 1 µm, preferentemente en el rango de 1 a 250 µm.

Como componente C) se pueden utilizar otras sustancias aditivas, como por ejemplo, estabilizadores, sustancias retardantes de la oxidación, productos ignífugos, agentes contra la descomposición térmica y la descomposición mediante luz ultravioleta, agentes lubricantes y agentes de desmoldeo, colorantes como tintas, agentes de ablandamiento, modificadores de impacto, etc.

Como ejemplos para los productos ignífugos se mencionan el fósforo rojo, el hidróxido de magnesio y el cianurato de melamina, que se pueden utilizar generalmente en una concentración de 1 a 20 % en peso, preferentemente de 3 a 15 % en peso, y de manera particularmente preferente de 5 a 10 % en peso. El hidróxido de magnesio se puede utilizar también en concentraciones mayores de hasta un 70 % en peso. El fósforo rojo se puede utilizar en forma de una mezcla básica o como un polvo.

Los estabilizadores se pueden adicionar a los materiales de moldeo de poliamida[5,10], en cualquier estadio de la fabricación, sin embargo, se adicionan preferentemente lo antes posible, para evitar que comience la descomposición, antes de que el estabilizador se encuentre incorporado.

Como ejemplos para sustancias retardantes de la oxidación y estabilizadores térmicos, se mencionan los haluros de metales del grupo I del sistema periódico, por ejemplo, haluros de sodio, de potasio y/o de litio, eventualmente en combinación con haluro de cobre (I), por ejemplo, cloruros, bromuros, yoduros, fenoles impedidos estéricamente, hidroquinonas, diferentes sustitutos de dichos grupos y sus mezclas, en concentraciones de hasta 1 % en peso, en relación con el peso de los materiales de moldeo termoplásticos.

Como estabilizadores de UV, que se utilizan en general en cantidades de hasta 2 % en peso en relación con los materiales de moldeo, se mencionan diferentes resorcinas sustituidas, salicilatos, benzotriazoles y benzofenonas.

Los agentes lubricantes y de desmoldeo se adicionan generalmente en cantidades de 1 % en peso como máximo, en relación con el peso total del material de moldeo. Ejemplos de ello son el ácido esteárico, alcohol esteárico, las amidas de ácido esteárico y los estearatos de calcio.

5 La fracción del componente C) en los materiales de moldeo conformes a la presente invención, asciende en relación con los materiales de relleno de 0 a 20 % en peso, preferentemente de 1 a 15 % en peso, de manera particularmente preferente de 1,5 a 10 % en peso, en relación con el peso total del material de moldeo. La fracción del componente C) en los materiales de moldeo conformes a la presente invención, en relación con el estabilizador y el agente lubricante, asciende de 0 a 10 % en peso, preferentemente de 0,05 a 2 % en peso, y de manera particularmente preferente de 0,08 a 1 % en peso.

10 Preferentemente, los materiales de moldeo de poliamida[5,10] conformes a la presente invención, se pueden fabricar en un método de dos etapas (etapas i) a ii)):

i) se policondensa 1,5-pentametilendiamina, fabricada mediante la fermentación con *Corynebacterium glutamicum*, y ácido sebáico, que se puede fabricar como se describe, por ejemplo, en la patente US 2217515; y

15 ii) la poliamida[5,10] obtenida de esta manera, se mezcla en un extrusor con 10 a 60 % en peso del material de relleno que contiene fibras o minerales.

20 La poliamida[5,10] se puede fabricar mediante la policondensación de 1,5-pentametilendiamina y ácido sebáico, en una relación molar de 0,95 : 1,05 a 1,05 : 0,95 de acuerdo con métodos conocidos. La condensación se puede realizar, ya sea de manera discontinua en un proceso por lotes, o también de manera continua. En el caso de una fabricación discontinua de las poliamidas, por ejemplo, una solución acuosa de los monómeros se somete al tratamiento en autoclave, y se calienta en general de 200 a 300°C. Además, se ajusta una presión de 10 a 50, o de 15 a 30 bares, que se puede mantener constante hasta 4 horas, mediante la descompresión de vapor de agua excedente. La fase de calentamiento (hasta alcanzar la temperatura de reacción deseada) presenta una duración convencional de 0,5 a 3 horas. El tiempo posterior a la agitación, durante el cual la mezcla de reacción se mantiene entre 240 y 300°C, es generalmente de 1 a 5 horas. A continuación, se descomprime durante un lapso de 0,5 a 3 horas a una presión normal. La descarga de la autoclave se granula, por ejemplo, en un baño de agua. El procedimiento continuo se realiza de manera análoga a las patentes EP129195 ó 129196.

30 La fabricación de los materiales de moldeo conformes a la presente invención, se puede realizar de acuerdo con métodos de por sí conocidos, mediante el mezclado de los componentes de la poliamida[5,10] A), y eventualmente B) y C), en la fundición ante temperaturas elevadas o mediante el mezclado de los componentes en dispositivos de mezclado. Convenientemente, para ello se utilizan extrusores, por ejemplo, extrusores de doble tornillo sin fin o extrusores de tornillo sin fin único, u otros dispositivos de plastificación convencionales, como por ejemplo, molinos Brabender o mezcladoras Banbury. Después de la extrusión, el producto de extrusión se puede enfriar y se puede triturar. También se pueden mezclar previamente componentes individuales, y a continuación se pueden introducir las materias primas restantes individualmente y/o también mezcladas. Las temperaturas de mezclado se encuentran generalmente entre los 230 y 320°C.

La masa molar (Mn) de las poliamidas [5,10], se encuentra preferentemente en el rango de 1000 a 100000, particularmente en el rango de 9000 a 75000, y de manera particularmente preferente en el rango de 10000 a 50000 g/mol.

40 Los materiales de moldeo conformes a la presente invención, se destacan por presentar una resiliencia óptima y una estabilidad dimensional al calor óptima (HDT B). En comparación con las poliamidas convencionales, se ha podido mejorar la fluidez (MVR), el brillo superficial (brillo determinado de acuerdo con la norma DIN 67530 en placas [60 x 60 x 2 mm]) y la contracción de moldeo (determinada de acuerdo con la norma ISO 294-4 EN en placas [60 x 60 x 2 mm]).

45 El brillo superficial se ha determinado de acuerdo con la norma DIN 67530 en placas [60 x 60 x 2 mm]. Los materiales de moldeo conformes a la presente invención, presentan generalmente un brillo medio (60°) de 30 a 105, y preferentemente de 40 a 100 en relación con una superficie de vidrio pulida, negra.

La contracción de moldeo se ha determinado de acuerdo con la norma ISO 294-4 EN en placas [60 x 60 x 2 mm; 500 bares]. Los materiales de moldeo conformes a la presente invención, presentan generalmente una contracción de moldeo de 0,2 a 1,0 % y preferentemente de 0,2 a 0,8 %.

50 Dichos materiales resultan apropiados para la fabricación de fibras, láminas y cuerpos moldeados de cualquier clase. A continuación se mencionan algunos ejemplos: Cubiertas de culata, cubiertas de motocicletas, tubos de aspiración, tapas para intercambiadores de calor, acoplamientos de enchufe, ruedas dentadas, ruedas de ventiladores, depósitos para agua de refrigeración.

5 En el espacio interior del vehículo a motor, se pueden utilizar para el panel de distribución, el conmutador colocado en la columna de dirección, las piezas de asiento, los apoyacabezas, las consolas centrales, los componentes del mecanismo de transmisión y módulos de puertas. En el espacio exterior del vehículo a motor, se pueden utilizar para manijas de puertas, componentes de espejos exteriores, componentes del limpiaparabrisas, cubiertas de culatas, tubos de aspiración, limpiaparabrisas, así como piezas exteriores de la carrocería, como por ejemplo, guardabarros, recubrimiento de puertas, portones traseros, alerones, piezas laterales, módulos del techo y cubiertas del motor.

10 Los materiales de moldeo conformes a la presente invención, resultan apropiados para la fabricación de monturas de gafas, y para la fabricación de componentes de electrónica, como por ejemplo, carcasas para teléfonos móviles, componentes de ordenadores portátiles, marcos de pantallas, marcos para navegadores, componentes de ordenadores de bolsillo, etc.

Ejemplos

Caracterización de los materiales de moldeo

La masa molar Mn de los polímeros, se ha determinado de la siguiente manera:

15 15 mg de polímeros se han disuelto en 10 ml de hexafluoroisopropanol (HFIP). Respectivamente 125 µl de dicha solución se han analizado mediante cromatografía por permeación del gel (GPC). Las mediciones se han realizado a temperatura ambiente. Para la elución se ha utilizado HFIP + 0,05 % en peso de sal de potasio de ácido trifluoro acético. La velocidad de elución ha ascendido a 0,5 ml/min. Además, se ha utilizado la siguiente combinación de columnas (todas las columnas fabricadas por la empresa Showa Denko Ltd., Japón): Shodex® HFIP-800P (diámetro 8mm, longitud 5 cm), Shodex® HFIP-803 (diámetro 8mm, longitud 30 cm), Shodex® HFIP-803 (diámetro 8mm, longitud 30 cm). Los polímeros se han detectado mediante un detector RI (refractometría diferencial). La calibración se ha realizado con un estándar estrechamente distribuido de polimetilmetacrilato, con pesos moleculares desde Mn = 505 a Mn = 2.740.000. Los rangos de elución que se encuentran fuera de dicho intervalo, se han determinado mediante extrapolación.

25 El número de viscosidad de las poliamidas, se ha medido de acuerdo con la norma EN-ISO1628-1, en soluciones de 0,5 % en peso, en ácido sulfúrico de 96 % en peso. Los polímeros presentan en general un índice de viscosidad de 10 a 400 ml/g, preferentemente de 30 a 300 ml/g, y de manera particularmente preferente de 50 a 250 ml/g.

El índice de fluidez volumétrico (MVR) se ha medido de acuerdo con la norma ISO1133 (275°C, 5 Kg. de carga). Las poliamidas conformes a la presente invención, presentan un MVR de 5 a 500 ml/10min., preferentemente de 10 a 400 ml/10min., de manera particularmente preferente de 20 a 300 ml/10min.

30 El número de viscosidad de las poliamidas, se ha medido de acuerdo con la norma EN-ISO1628-1, en soluciones de 0,5 % en peso, en ácido sulfúrico de 96 % en peso. PA [5.10] +30% GF (ejemplo 1) presenta un número de viscosidad de 151 ml/g.

El brillo superficial se ha determinado de acuerdo con la norma DIN 67530 en placas [60 x 60 x 2 mm]. El valor indicado en la tabla 1, hace referencia a una superficie de vidrio pulida, negra (100).

35 La contracción de moldeo se ha determinado de acuerdo con la norma ISO 294-4 EN en placas [60 x 60 x 2 mm; 500 bares]. El valor indicado en la tabla 1 se indica en % en relación con la longitud.

Preparación de 1,5-pentametilendiamina

La 1,5-pentametilendiamina se ha preparado mediante la fermentación con *Corynebacterium glutamicum* (observar la patente WO2007/113127).

40 Preparación de poliamidas

Poliamida [5,10] [fase previa 1]

45 En un agitador se han introducido 12,5 Kg. de una solución acuosa de pentametilendiamina del 48,19%, 12,2 kg de ácido sebácico, y 6,59 kg de agua destilada. La mezcla de reacción se ha lavado 10 veces con nitrógeno, y se ha calentado a 200°C. El recipiente de reacción se ha mantenido constante a dicha temperatura, a 17 bares durante 1 hora. La presión se ha descomprimido hasta alcanzar la presión atmosférica, y la mezcla de reacción se ha calentado a 270°C. La polimerización a dicha temperatura, ha sido sometida a una atmósfera de nitrógeno durante 70 minutos. El polímero obtenido de esta manera, presenta un VZ (índice de viscosidad) de 152 ml/g de acuerdo con la norma EN-ISO1628-1.

Poliamida [6,10] [fase previa 2]

5 En un agitador se han introducido 10,11g de una solución acuosa de hexametildiamina del 69,0%, 12,20 Kg. de ácido sebácico, y 16,04 kg de agua destilada. La mezcla de reacción se ha lavado 10 veces con nitrógeno, y se ha calentado a 200°C. La presión se ha mantenido constante a dicha temperatura, a 17 bares durante 1 hora. El recipiente de reacción se ha descomprimido hasta alcanzar la presión atmosférica, y la mezcla de reacción se ha calentado a 270°C. El polímero obtenido de esta manera, presenta un VZ (índice de viscosidad) de 153 ml/g de acuerdo con la norma EN-ISO1628-1.

Poliamida [6] [fase previa 3]

Se ha utilizado Ultramid® B3 de la empresa BASF SE (índice de viscosidad 149 ml/g).

10 Fabricación de los materiales de moldeo conformes a la presente invención

Ejemplo 1

15 En un extrusor de doble tornillo sin fin ZSK40 se ha mezclado un caudal másico de 14 Kg./h de poliamida[5,10] (fase previa 1), y un caudal másico de 6 Kg./h de fibras de vidrio de la empresa OCF (OCF1110DS, diámetro 10µm) con un caudal de 20 kg/h a 260°C. La rotación de los tornillos sin fin ha ascendido a 200 rpm. Después de la granulación, el producto se ha secado a 80°C durante 16 horas.

Ejemplo comparativo 2

20 En un extrusor de doble tornillo sin fin ZSK40 se ha mezclado un caudal másico de 14 Kg./h de poliamida[6,10] (fase previa 2), y un caudal másico de 6 kg/h de fibras de vidrio de la empresa OCF (OCF1110DS, diámetro 10µm) con un caudal de 20 kg/h a 260°C. La rotación de los tornillos sin fin ha ascendido a 200 rpm. Después de la granulación, el producto se ha secado a 80°C durante 16 horas.

Ejemplo comparativo 3

25 En un extrusor de doble tornillo sin fin ZSK40 se ha mezclado un caudal másico de 14 kg/h de poliamida[6] (fase previa 3), y un caudal másico de 6 kg/h de fibras de vidrio de la empresa OCF (OCF1110DS, diámetro 10µm) con un caudal de 20 kg/h a 260°C. La rotación de los tornillos sin fin ha ascendido a 200 rpm. Después de la granulación, el producto se ha secado a 80°C durante 16 horas.

En la tabla 1 se han comparado los resultados del ejemplo 1, con los ejemplos comparativos 2 y 3, así como con las fases previas 1 a 3.

Tabla 1:

	Ejemplo 1	Ejemplo comp. 2	Ejemplo comp. 3
Brillo (60°)*	62	30	35
Índice de fluidez volumétrico (ml/10min)	62	51	48
Índice de viscosidad (ml/g)	151	148	150
Contracción de moldeo (%) longitud	0,67	0,93	0,83
	Fase previa 1	Fase previa 2	Fase previa 3
Brillo (60°)*	101	102	101
Índice de fluidez volumétrico (ml/10min)	175	172	170
Índice de viscosidad (ml/g)	152	153	149

ES 2 406 710 T3

Tabla 2: otras propiedades mecánicas de PA[5,10] + 30% de fibras de vidrio; ejemplo1.

	Ejemplo 1
Fracción de las materias primas regenerables	100%
ISO 179/1eU (RT)	86 kJ/m ²
ISO 179/1eU (-30°C)	82 kJ/m ²
ISO 179/1eA (RT)	12 kJ/m ²
ISO 179/1eA (-30°C)	8 kJ/m ²
Módulo E [ISO 527-2]	8310 MPa
Resistencia a la tracción [ISO 527-2]	155 MPa
Deformación por tracción [ISO 527-2]	3,9 %
HDT A [ISO 75-2]	186 °C
HDT B [ISO 75-2]	208 °C

Punto de fusión medido de acuerdo con la calorimetría diferencial de barrido DSC (DIN EN ISO 11357) 215°C.

REIVINDICACIONES

1. Material de moldeo de poliamida[5,10] que contiene
- A) 40 a 90 % en peso de poliamida[5,10];
- B) 10 a 60 % en peso de materiales de relleno que contienen fibras o minerales, y
- 5 C) 0 a 20 % en peso de sustancias aditivas adicionales,
- en donde la suma de los porcentajes en peso de los componentes A) a C) da como resultado el 100%.
2. Materiales de moldeo de poliamida[5,10] de acuerdo con la reivindicación 1, que contienen como componente A) fibras de vidrio, fibras de carbono o fibras naturales.
3. Materiales de moldeo de poliamida[5,10] de acuerdo con la reivindicación 2, que contienen como componente A) 10 fibras de vidrio cortadas o fibras roving.
4. Materiales de moldeo de poliamida[5,10] de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, que contienen 15 a 40 % en peso de un material de relleno que contiene fibras.
5. Materiales de moldeo de poliamida[5,10] de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, que contienen como componente C) productos ignífugos, como por ejemplo, fósforo, hidróxido de magnesio o cianurato de melamina.
- 15 6. Materiales de moldeo de poliamida[5,10] de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, que contienen como componente C) materiales de relleno en forma de partículas, como por ejemplo, negro de carbón, grafito, nanotubos de carbono, nigrosina, dióxido de titanio, sulfuro de cinc, azul ultramar, óxido de hierro, antraquinonas, quinacridonas, ftalocianinas, perilenos o sus mezclas.
- 20 7. Materiales de moldeo de poliamida[5,10] de acuerdo con la reivindicación 6, que contienen como componente C) de 0,01 a 5 % en peso de negro de carbón.
8. Método para la fabricación de materiales de moldeo de poliamida[5,10] de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque**
- i) se policondensa 1,5-pentametilendiamina, fabricada mediante fermentación con *Corynebacterium glutamicum*, y ácido sebácico; y
- 25 ii) la poliamida[5,10] obtenida de esta manera, se mezcla en un extrusor con 10 a 60 % en peso del material de relleno que contiene fibras o minerales.
9. Utilización de los materiales de moldeo de poliamida[5,10] de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, para la fabricación de cuerpos moldeados en la industria automotriz o en la industria electrónica.
- 30 10. Fibras, láminas y cuerpos moldeados que se pueden obtener a partir de materiales de moldeo de poliamida[5,10] de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 7.