

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 434 744**

51 Int. Cl.:

**C08G 79/00** (2006.01)

**C08L 71/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.11.2009** **E 09764150 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.08.2013** **EP 2376558**

54 Título: **Composiciones de políimida resistentes a la humedad**

30 Prioridad:

**19.12.2008 US 339920**

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

**17.12.2013**

73 Titular/es:

**SABIC INNOVATIVE PLASTICS IP B.V. (100.0%)  
Plasticslaan 1  
4612 PX Bergen op Zoom, NL**

72 Inventor/es:

**DONOVAN, MICHAEL STEPHEN y  
HARALUR, GURULINGAMURTHY M.**

74 Agente/Representante:

**CURELL AGUILÁ, Mireia**

**ES 2 434 744 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

Composiciones de poliimida resistentes a la humedad

5 **Antecedentes de la invención**

La invención se refiere generalmente a composiciones resistentes a la humedad, y en particular a composiciones resistentes a la humedad que comprenden un copolímero de poliimida.

10 Existe una necesidad continuada de polímeros que tengan buenas propiedades de fabricación y de comportamiento a temperaturas elevadas. Se necesitan particularmente ciertas propiedades de fabricación a temperaturas elevadas, por ejemplo: capacidad para ser metalizables, estabilidad dimensional, y resistencia al alabeo. Igualmente, se necesitan particularmente ciertas propiedades de comportamiento, por ejemplo: resistencia a la humedad.

15 Los reflectores de la luz, especialmente para aplicaciones de automoción, requieren materiales que puedan soportar el intenso calor producido por fuentes de luz, que tengan excelente estabilidad dimensional para enfocar la luz en un patrón muy estrecho a largas distancias, y que se puedan procesar fácilmente en formas complejas. Estos reflectores se revisten habitualmente con un metal, tal como aluminio, para proporcionar una superficie muy reflectante. Para lograr este grado elevado de reflectancia con baja difusión de la luz, se necesita una superficie prerrevestida muy lisa. A fin de lograr consistentemente tal superficie prerrevestida lisa, típicamente ha sido necesario revestir con una capa base el reflector moldeado con una imprimación antes de revestir el reflector con metal. La metalización directa de partes moldeadas es también un reto debido a que introduce los requisitos adicionales de buena adhesión del metal a la parte moldeada, y una superficie muy lisa de la parte según se moldea.

25 En los componentes electrónicos, se ha producido un movimiento hacia soldaduras sin plomo, al menos parcialmente, debido a los efectos perjudiciales provocados por el plomo en el medio ambiente. Las soldaduras de reemplazo tienen mayores puntos de fusión que las soldaduras a base de plomo, y de este modo se necesitan polímeros capaces de soportar el calor adicional necesario para fundir las soldaduras de reemplazo de plomo para su utilización, por ejemplo, como sustratos o revestimientos en estrecha proximidad a los puntos de soldadura.

30 Incluso los usos tales como partes de polímeros que perciben el calor del lavado de motores a chorro conducen a una demanda continua de polímeros que tengan mayores propiedades térmicas que aquellos actualmente en el mercado.

35 En la técnica se conocen varias clases de polímeros de calor elevado. Se conocen resinas de polieterimida para temperaturas de distorsión por calor elevadas y temperaturas de transición vítrea elevadas que hacen su uso como revestimientos, artículos moldeados, materiales compuestos, y similares, muy atractivo cuando se desea una resistencia a temperaturas elevadas. Debido a su elevada temperatura de transición vítrea y a su elevada viscosidad en fundido, sin embargo, las polieterimidias pueden ser difíciles de procesar en productos acabados. Adicionalmente, se necesitan mejoras en la resistencia a la humedad y en la capacidad de metalización de las composiciones que comprenden resinas de polieterimida para artículos soldables sin plomo. El documento EP 0.978.529 describe una composición de resina que comprende una resina de poliimida termoplástica, fibra de carbón, mica y un agente de liberación del molde interno. El documento US 2007/066765 se refiere a una mezcla polimérica separada en dos fases que comprende una o más resinas de poliariil éter cetonas y una o más resinas que comprenden polietersulfona eterimida. El documento WO 2007/035402 se refiere a una mezcla polimérica que también comprende un componente que comprende una o más resinas de poliariil éter cetonas y un componente de resina que comprende una o más resinas de polisulfona eterimida. El documento EP 1385179 describe una resina que comprende una o más resinas termoplásticas seleccionadas de resina de poliimida, una resina de poliéter imida, una resina de poliamida-imida, una resina de poliamida, una resina de polisulfona y una resina de poliéter cetona.

50 Por lo tanto, existe la necesidad de composiciones metalizables, resistentes a la humedad, útiles para artículos soldables libres de plomo. También existe la necesidad de un procedimiento para producir un revestimiento metalizado sin una imprimación.

**Breve resumen de la invención**

55 Se ha descubierto sorprendentemente que, usando una combinación específica de una poliimida y una polieteretercetona, es posible obtener una composición metalizable y resistente a la humedad. Preferentemente, las composiciones según la presente invención se pueden obtener en artículos/partes que contienen un revestimiento metalizado sin una imprimación. Las composiciones según la presente invención se pueden usar preferentemente en artículos que incluyen diodos que emiten luz, así como en otros artículos.

60 Una primera forma de realización de la presente invención se refiere a una composición resistente a la humedad que comprende: a) de 20 a 80 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de un copolímero de polieterimida obtenido a partir de una mezcla monomérica que comprende dianhídrido de 3,3'-bisfenol-A (BPADA), y 4,4'-diaminodifenil sulfona (DDS); b) de 5 a 75 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de

polieteretercetona (PEEK); y c) de 0 a 30 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de una carga.

5 Una segunda forma de realización de la invención se refiere a un sustrato de reflector que comprende una capa resistente a la humedad metalizada con una capa reflectante, en el que la capa resistente a la humedad comprende:  
 a) de 20 a 80 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de un copolímero de polieterimida obtenido a partir de una mezcla monomérica que comprende dianhídrido de 3,3'-bisfenol-A (BPADA), y 4,4'-diaminodifenil sulfona (DDS); b) de 5 a 75 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de polieteretercetona (PEEK); y c) de 0 a 30 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de una  
 10 carga. Preferentemente, la capa reflectante se selecciona del grupo que consiste en plata, aluminio, y sus combinaciones.

15 Una tercera forma de realización de la invención se refiere a un procedimiento para producir un revestimiento metalizado sin una imprimación, que comprende aplicar directamente una capa reflectante a una capa resistente a la humedad en ausencia de una imprimación, en el que la capa resistente a la humedad comprende: a) de 20 a 80 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de un copolímero de polieterimida obtenido a partir de una mezcla monomérica que comprende dianhídrido de 3,3'-bisfenol-A (BPADA), y 4,4'-diaminodifenil sulfona (DDS); b) de 5 a 75 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de polieteretercetona (PEEK); y  
 20 c) de 0 a 30 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de una carga. Preferentemente, el procedimiento comprende además secar la capa resistente a la humedad antes de aplicar la capa reflectante. Preferentemente, la capa reflectante se aplica mediante electrodeposición o deposición de vapor.

Estas y otras características, aspectos, y ventajas de la presente invención se pondrán más claramente de manifiesto haciendo referencia a la siguiente descripción y a las reivindicaciones adjuntas.

25

### **Descripción detallada de la invención**

La presente invención se puede entender más fácilmente haciendo referencia a la siguiente descripción detallada de las formas de realización preferidas de la invención, así como a los ejemplos comprendidos en la misma. En la descripción detallada y en las reivindicaciones siguientes, a continuación, se hará referencia a un número de términos, que se deben definir para tener los siguientes significados:

30

35 El término "reflector" se refiere a un dispositivo modificador de la luz que tiene una superficie, que redirige la luz incidente nuevamente al medio del que procede. Los reflectores son más habitualmente opacos, pero pueden ser transparentes. La luz incidente sobre la superficie redirectora de un reflector transparente puede llegar desde el material transparente del propio reflector, en cuyo caso se redirige nuevamente al material transparente del reflector, o puede llegar a la superficie redirectora desde algún otro material (por ejemplo, aire), en cuyo caso se redirige nuevamente al otro material.

40 En el contexto de la presente invención, una superficie "metalizada" es una superficie que está cubierta con un revestimiento que comprende uno o más metales.

En el contexto de la presente invención, un L.E.D. es un diodo emisor de luz, como ese término es conocido por un experto en la materia.

45

"Tg elevada" se refiere a polímeros que tienen una temperatura o temperaturas de transición vítrea de 180°C o superior.

50 "Estallido" se refiere a un efecto que se produce cuando la humedad residual, recogida tras el acondicionamiento, se convierte en vapor dentro de un componente, parte, superficie, composición, material, o composición, para romper una dimensión de los mismos.

"Alabeo" se refiere a una distorsión dimensional en un objeto, particularmente en un objeto moldeado.

55 "Imprimación" se refiere a un primer revestimiento aplicado a una superficie para reducir la absorbancia y/o para mejorar la adhesión de revestimientos posteriores.

60 En el contexto de la presente invención, el término "revestimiento" significa una película o capa delgada aplicada a un material base, denominado el sustrato. En la presente invención, el sustrato está realizado a partir de uno o más polímeros, copolímeros, y/o composiciones de polímeros. El revestimiento puede comprender cualquier material que emplearía el experto en la materia como revestimiento sobre un sustrato polimérico, incluyendo, pero sin limitarse a, uno o más metales, uno o más adhesivos, una o más pinturas, una o más aleaciones, una o más suspensiones sólido-líquido, uno o más polímeros presentando al menos uno de los polímeros en el revestimiento una composición diferente del sustrato polimérico.

65

En el contexto de la presente invención, pueden estar dispuestas tantas capas de revestimientos sobre el sustrato como sea necesario para lograr el fin pretendido del artículo de fabricación. El término "delgado", como se usa anteriormente, significa que el grosor del revestimiento en el artículo, en el punto más grueso de los revestimientos, es menor que la longitud más grande de una línea recta que pase a través del centro de gravedad del artículo y que se extienda hasta, pero no más allá de, las fronteras más exteriores del artículo.

El revestimiento se puede aplicar por cualquier medio de revestimiento conocido por el experto en la materia. Por ejemplo, el revestimiento se puede aplicar mediante electrolisis, deposición de vapor, evaporación al vacío, pulverización iónica, o medios mecánicos tales como cepillado, pulverización, calandrado, sobremoldeo, laminación, y revestimiento en rodillos.

Diversas composiciones resistentes a la humedad según la presente invención satisfacen la necesidad de una mejora en la resistencia a la humedad y capacidad de metalización de sistemas de polieterimida (PEI) para artículos soldables sin plomo. Las formas de realización particularmente preferidas de la presente invención se refieren a una mezcla de dos fases de una resina de poliimida, que presenta una temperatura de transición vítrea (T<sub>g</sub>) elevada, y una resina de polímero de cristal líquido (LCP) o semicristalina. La mezcla de dos fases es particularmente útil para sustratos de reflector de diodos emisores de luz (LED). Las composiciones resistentes a la humedad según la presente invención también se usan preferentemente en muchos componentes electrónicos diferentes. Las composiciones resistentes a la humedad según la presente invención se moldean preferentemente en artículos, y se usan en la construcción de paquetes semiconductores y otros dispositivos electrónicos que se exponen a temperaturas de soldadura libre de plomo.

Las composiciones resistentes a la humedad según la presente invención presentan preferentemente una superficie lisa y sobreviven a temperaturas de soldadura sin plomo tras la exposición a entornos muy húmedos. Las composiciones resistentes a la humedad según la presente invención demuestran preferentemente buena capacidad de metalización; pueden soportar preferentemente la exposición a entornos muy húmedos; y muestran preferentemente buena estabilidad dimensional al retener las dimensiones moldeadas o formadas de otro modo al exponerlas a temperaturas de reflujo de soldadura sin plomo. Las composiciones resistentes a la humedad particularmente preferidas según la presente invención se pueden metalizar con una superficie lisa, muy reflectante, y sobreviven a la exposición a temperaturas mayores que o iguales a 240°C, más preferentemente mayores que o iguales a 250°C, más preferentemente mayores que o iguales a 260°C, más preferentemente mayores que o iguales a 270°C, y más preferentemente mayores que o iguales a 280°C.

Una primera forma de realización de la presente invención se refiere a una composición resistente a la humedad que comprende: a) de 20 a 80 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de un copolímero de polieterimida obtenido a partir de una mezcla monomérica que comprende dianhídrido de 3,3'-bisfenol-A (BPADA), y 4,4'-diaminodifenil sulfona (DDS); b) de 5 a 75 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de polieteretercetona (PEEK); y c) de 0 a 30 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de una carga. Preferentemente, la mezcla monomérica comprende además 3-cloroanhídrido.

Preferentemente, la composición resistente a la humedad comprende alrededor de 80 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente a), alrededor de 20 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente b), y alrededor de 0 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente c). Preferentemente, la composición resistente a la humedad comprende alrededor de 70 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente a), alrededor de 30 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente b), y alrededor de 0 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente c). Preferentemente, la composición resistente a la humedad comprende alrededor de 75 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente a), alrededor de 15 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente b), y alrededor de 10 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente c). Preferentemente, la composición resistente a la humedad comprende alrededor de 65 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente a), alrededor de 15 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente b), y alrededor de 20 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente c). Preferentemente, la composición resistente a la humedad comprende alrededor de 25 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente a), alrededor de 66 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente b), y alrededor de 9 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente c).

Preferentemente, una parte moldeada que comprende la composición resistente a la humedad y que presenta un grosor de 1 a 3 mm no muestra estallido en una atmósfera seca a 260°C. Más preferentemente, una parte moldeada que comprende la composición resistente a la humedad y que presenta un grosor de 1 a 3 mm no muestra estallido a 60°C/humedad relativa del 60% a 260°C. Todavía más preferentemente, una parte moldeada que comprende la composición resistente a la humedad y que presenta un grosor de 1 a 3 mm no muestra estallido a 80°C/humedad relativa del 85% a 260°C.

Preferentemente, una parte moldeada que comprende la composición resistente a la humedad y que presenta un grosor de 1 a 3 mm muestra un alabeo menor o igual a 0,5 mm en una atmósfera seca a 260°C. Más

preferentemente, una parte moldeada que comprende la composición resistente a la humedad y que presenta un grosor de 1 a 3 mm muestra un alabeo menor o igual a 0,5 mm a 30°C/humedad relativa del 60% a 260°C. Todavía más preferentemente, una parte moldeada que comprende la composición resistente a la humedad y que presenta un grosor de 1 a 3 mm muestra un alabeo menor o igual a 0,5 mm a 60°C/humedad relativa del 60% a 260°C. De manera particularmente preferida, una parte moldeada que comprende la composición resistente a la humedad y que presenta un grosor de 1 a 3 mm muestra un alabeo menor o igual a 0,5 mm a 80°C/humedad relativa del 85% a 260°C.

Una segunda forma de realización de la invención se refiere a un sustrato de reflector que comprende una capa resistente a la humedad metalizada con una capa reflectante, en el que la capa resistente a la humedad comprende: a) de 20 a 80 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de un copolímero de polieterimida obtenido a partir de una mezcla monomérica que comprende dianhidrido de 3,3'-bisfenol-A (BPADA), y 4,4'-diaminodifenil sulfona (DDS); b) de 5 a 75 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de polieteretercetona (PEEK); y c) de 0 a 30 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de una carga. Preferentemente, la capa reflectante se selecciona del grupo que consiste en plata, aluminio, y sus combinaciones.

Una tercera forma de realización de la invención se refiere a un procedimiento para producir un revestimiento metalizado sin una imprimación, que comprende aplicar directamente una capa reflectante a una capa resistente a la humedad en ausencia de una imprimación, en el que la capa resistente a la humedad comprende: a) de 20 a 80 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de un copolímero de polieterimida obtenido a partir de una mezcla monomérica que comprende dianhidrido de 3,3'-bisfenol-A (BPADA), y 4,4'-diaminodifenil sulfona (DDS); b) de 5 a 75 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de polieteretercetona (PEEK); y c) de 0 a 30 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición, de una carga. Preferentemente, el procedimiento comprende además secar la capa resistente a la humedad antes de aplicar la capa reflectante. Preferentemente, la capa reflectante se aplica mediante electrodeposición.

Además de los componentes poliméricos de la composición, se pueden añadir otras composiciones beneficiosas para producir un artículo de fabricación mejorado. El experto en la materia apreciará el amplio intervalo de ingredientes, tales como estabilizantes térmicos, cargas, o colorantes, que se pueden añadir a los polímeros para mejorar una o más propiedades de fabricación o de comportamiento.

En algunos casos, se puede añadir un óxido metálico a los polímeros de la presente invención. En algunos casos, el óxido metálico puede mejorar además el comportamiento de resistencia a la llama (FR) al disminuir la liberación de calor e incrementar el tiempo hasta la liberación pico de calor. Es de señalar el dióxido de titanio. Otros óxidos metálicos incluyen óxidos de cinc, óxidos de boro, óxidos de antimonio, óxidos de hierro, y óxidos de metales de transición. En algunos casos, se pueden desear óxidos metálicos que son blancos. Los óxidos metálicos se pueden usar solos o en combinación con otros óxidos metálicos. Los óxidos metálicos se pueden usar en cualquier cantidad eficaz, en algunos casos desde 0,01 hasta 20% en peso de la composición polimérica.

Otros aditivos útiles incluyen supresores de humo, tales como sales de boratos metálicos, por ejemplo borato de cinc, borato de metal alcalino o de metal alcalino-térreo, u otras sales de borato. Adicionalmente, pueden ser útiles otros compuestos que contienen boro, tales como ácido bórico, ésteres de borato, óxidos de boro u otros compuestos de oxígeno. Adicionalmente, se pueden emplear otros aditivos retardantes de la llama, tales como fosfonatos de arilo y compuestos aromáticos bromados, incluyendo polímeros que contienen enlaces realizados a partir de compuestos arílicos bromados. Los ejemplos de compuestos aromáticos halogenados son resinas fenoxi bromadas, poliestirenos halogenados, imidas halogenadas, policarbonatos bromados, resinas epoxídicas bromadas, y sus mezclas.

También se pueden emplear aditivos retardantes de la llama convencionales, por ejemplo ésteres de fosfato, sales de sulfonato, y compuestos aromáticos halogenados. También se pueden usar mezclas de cualesquiera o de todos estos retardantes de la llama. Los ejemplos de compuestos aromáticos halogenados son resinas fenoxi bromadas, poliestirenos halogenados, imidas halogenadas, policarbonatos bromados, resinas epoxídicas bromadas, y sus mezclas. Los ejemplos de sales de sulfonatos son perfluoro butil sulfonato de potasio, tosilato de sodio, benceno sulfonato de sodio, dicloro benceno sulfonato de sodio, difenil sulfona sulfonato de potasio, y metano sulfonato de sodio. En algunos casos, se prefieren sales de sulfonato de metales alcalinos y alcalino-térreos. Los ejemplos de retardantes de la llama de tipo fosfato son fosfatos de triarilo, fosfato de tricresilo, fosfato de trifenilo, difosfatos de bisfenol A y fenilo, difosfatos de resorcinol y fenilo, fenil-bis-(3,5,5'-trimetilhexil fosfato), fosfato de etilo y difenilo, fosfato de bis(2-etilhexilo) y p-tolilo, fosfato de bis(2-etilhexilo) y fenilo, fosfato de tri(nonilfenilo), hidrogenofosfato de fenilo y metilo, fosfato de di(dodecilo) y p-tolilo, fosfatos de trifenilo halogenados, fosfato de dibutilo y fenilo, fosfato de 2-cloroetilfenilo, fosfato de p-tolilo y bis(2,5,5'-trimetilhexilo), fosfato de 2-etilhexildifenilo, hidrogenofosfato de difenilo, difosfato de resorcinol, y similares.

En algunos casos, se puede desear tener composiciones retardantes de la llama que estén esencialmente libres de átomos de halógeno, especialmente bromo y cloro. Esencialmente libres de átomos de halógeno significa que, en algunas formas de realización, la composición tiene menos de alrededor de 3% de halógeno por peso de la

composición, y en otras formas de realización menos de aproximadamente 1% en peso de la composición que contiene átomos de halógeno. La cantidad de átomos de halógeno se puede determinar mediante análisis químico normal.

5 La composición también puede incluir opcionalmente un fluoropolímero en una cantidad de 0,01 a alrededor de 5,0% de fluoropolímero por peso de la composición. El fluoropolímero se puede usar en cualquier cantidad eficaz para proporcionar propiedades antigoteo a la composición de resina. Algunos ejemplos posibles de fluoropolímeros adecuados y procedimientos para obtener tales fluoropolímeros se exponen, por ejemplo, en las patentes US 3.671.487, 3.723.373 y 3.383.092. Los fluoropolímeros adecuados incluyen homopolímeros y copolímeros que  
10 comprenden unidades estructurales derivadas de uno o más monómeros alfa-olefínicos fluorados. La expresión "monómero alfa-olefínico fluorado" hace referencia a un monómero de alfa-olefina que incluye al menos un sustituyente de átomo de flúor. Algunos de los monómeros alfa-olefínicos fluorados adecuados incluyen, por ejemplo, fluoro etilenos tales como, por ejemplo,  $\text{CF}_2=\text{CF}_2$ ,  $\text{CHF}=\text{CF}_2$ ,  $\text{CH}_2=\text{CF}_2$  y  $\text{CH}_2=\text{CHF}$  y fluoro propilenos tales como, por ejemplo,  $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CF}_2$ ,  $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CHF}$ ,  $\text{CF}_3\text{CH}=\text{CF}_2$ ,  $\text{CF}_3\text{CH}=\text{CH}_2$ ,  $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CHF}$ ,  $\text{CHF}_2\text{CH}=\text{CHF}$  y  $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CH}_2$ .

Algunos de los copolímeros alfa-olefínicos fluorados adecuados incluyen copolímeros que comprenden unidades estructurales derivadas de dos o más monómeros alfa-olefínicos fluorados tales como, por ejemplo, poli(tetrafluoro etileno-hexafluoro etileno), y copolímeros que comprenden unidades estructurales derivadas de uno o más  
20 monómeros fluorados y uno o más monómeros monoetilénicamente insaturados no fluorados que son copolimerizables con los monómeros fluorados, tales como, por ejemplo, copolímeros de poli(tetrafluoroetileno-etileno-propileno). Los monómeros monoetilénicamente insaturados no fluorados adecuados incluyen, por ejemplo, monómeros de alfa-olefinas tales como, por ejemplo, etileno, propileno, buteno, monómeros de acrilato tales como, por ejemplo, metacrilato de metilo, acrilato de butilo, y similares, prefiriéndose el homopolímero de poli(tetrafluoroetileno) (PTFE).

Las composiciones pueden contener además cargas (al menos algunas de las cuales actúan como refuerzos), por ejemplo fibra de vidrio, vidrio molido, perlas de vidrio, escamas, y similares. Se pueden añadir minerales tales como talco, wolastonita, mica, caolín o arcilla de montmorillonita, sílice, cuarzo y barita. Las composiciones también se  
30 pueden modificar con cantidades eficaces de cargas inorgánicas, tales como, por ejemplo, fibras de carbono y nanotubos, fibras metálicas, polvos metálicos, carbón conductor, y otros aditivos, incluyendo refuerzos de nanoescala.

Otros aditivos incluyen antioxidantes tales como fosfitos, fosfonitos, y fenoles impedidos. Como aditivos útiles, son de señalar estabilizantes que contienen fósforo, incluyendo fosfito de triarilo y fosfonatos de arilo. También se pueden utilizar compuestos que contienen fósforo difuncionales. Se prefieren estabilizantes con un peso molecular mayor o igual a alrededor de 300. En otros casos, son útiles estabilizantes que contienen fósforo con un peso molecular mayor o igual a 500. Los estabilizantes que contienen fósforo están presentes típicamente en la  
40 composición a 0,05-0,5% en peso de la formulación. También pueden estar presentes en la composición colorantes, así como estabilizantes de la luz y absorbentes de la radiación UV. También están comprendidos auxiliares del flujo y compuestos que liberan del molde. Los ejemplos de agentes liberadores del molde son ésteres de ácidos alquil carboxílicos, por ejemplo tetraestearato de pentaeritritol, triestearato de glicerina, y diestearato de etilenglicol. Los agentes de liberación del molde están presentes típicamente en la composición a 0,05-0,5% en peso de la formulación. Los agentes de liberación del molde preferidos tendrán un peso molecular elevado, típicamente mayor  
45 que alrededor de 300, para prevenir la pérdida del agente de liberación a partir de la mezcla polimérica fundida durante el procesamiento en fundido.

Las composiciones poliméricas usadas en artículos según la presente invención también incluirán diversos aditivos tales como agentes nucleantes, aclaradores, de rigidez y/o de velocidad de cristalización. Estos agentes se usan de  
50 manera convencional y en cantidades convencionales.

Ventajosamente, es posible obtener composiciones que contienen una combinación específica de una poliimida y una polieterecetonona, y obtener una composición que es metalizable y resistente a la humedad. Es posible obtener composiciones en artículos/partes que contienen un revestimiento metalizado sin una imprimación.

Los siguientes ejemplos ilustran adicionalmente la presente invención, en la que todas las partes están en peso excepto que se indique de otro modo.

#### 60 Ejemplos 1-58:

Materiales:

Se usaron las siguientes resinas puras en los Ejemplos 1-58:

Acrónimo	Nombre comercial	Nombre químico
UH1016	EXTEM (TM) UH TPI	dianhídrido 4,4'-oxidiftálico (ODPA), y 4,4'-diaminodifenil sulfona (DDS)
XH1015	EXTEM (TM) XH TPI	dianhídrido de 3,3' bisfenol-A (BPADA), y 4,4'-diaminodifenil sulfona (DDS)
XH6050	ULTEM (TM) PEI	dianhídrido de 4,4' bisfenol-A (BPADA), y 4,4'-diaminodifenil sulfona (DDS)
1000	ULTEM (TM) PEI	dianhídrido de 4,4' bisfenol-A (BPADA), y meta-fenilendiamina
PEEK	VICTREX (TM) PEEK 150	Poliéter éter cetona
	Silica	Sílice pirolizada

Técnicas/procedimientos

5

Se usaron los siguientes procedimientos en los ejemplos indicados.

Procedimientos de preparación de la mezcla

10

Siempre que se usaron mezclas en estos ejemplos, los componentes de resina requeridos se mezclaron en seco y se hicieron girar. La mezcla bruta se secó a 235°F (113°C) durante 8 h, antes de la extrusión. La mezcla se extruyó en una extrusora de purga de vacío de doble tornillo de 30 mm. La extrusora se ajustó a 316°C hasta 360°C a través de 6 zonas. Los tornillos funcionaron a 300 rpm, y se hizo un vacío hasta 27 pulgadas de Hg. Se recogieron peletes después de que el polímero se enfriase a través de un baño de agua.

15

Procedimiento experimental

La mezcla seleccionada se seleccionó debido a la elevada temperatura inherente y a la baja absorción de humedad. Entonces se moldearon partes hasta las dimensiones de:

20

15 mm x 150 mm x 1 mm

15 mm x 150 mm x 2 mm

25

15 mm x 150 mm x 3 mm

Estas partes se secaron en primer lugar en un horno de vacío a 220°C durante 4 h. Las partes que se debían acondicionar se colocaron entonces en una cámara de humedad/temperatura controlada, según las siguientes condiciones:

30

60°C/60% HR/120 h, u

80°C/85% HR/165 h

35

Estas muestras, junto con una muestra seca no acondicionada, se colocaron en una cámara de convección de 5 zonas Yamato-Seisakusyo NRY-525SMB-5Z de la máquina de reflujo. La velocidad del transportador se ajustó a 300 mm/min., y se purgó nitrógeno a su través. El perfil de calentamiento de la máquina de reflujo se ajustó a lo largo de 5 zonas, a temperaturas específicas para cada grosor de las partes. Las partes se hicieron pasar a través de 2 condiciones de calentamiento, con diferentes temperaturas pico.

40

Tabla 1: Perfil de temperatura para la temperatura pico de 260 C

	Zona 1	Zona 2	Zona 3	Zona 4	Zona 5
Grosor de la parte 1 mm	170	160	160	182	279
Grosor de la parte 2 mm	170	160	160	187	300
Grosor de la parte 3 mm	170	160	160	185	310

45

Tabla 2: Perfil de temperatura para la temperatura pico de 270 C

	Zona 1	Zona 2	Zona 3	Zona 4	Zona 5
Grosor de la parte 1 mm	170	160	160	182	300
Grosor de la parte 2 mm	170	160	160	185	310
Grosor de la parte 3 mm	170	160	160	199	318

**Ejemplos 1-8: Evaluación de estallido a 260°C, 1<sup>er</sup> pase**

50

El fin de estos ejemplos fue evaluar ciertas composiciones según la presente invención para determinar ciertas propiedades de comportamiento, a saber, estabilidad dimensional, efecto de estallido (si existe).

Las composiciones que ilustran formas de realización específicas de la presente invención se prepararon según el procedimiento de preparación de mezcla descrito anteriormente. También se usaron resinas puras. Las composiciones sometidas a ensayo se resumen en la Tabla 3.

5

Tabla 3

Ej.	Composición sometida a ensayo	Relación de mezclamiento	Descripción/Observaciones
1	XH1015	Pura	Comparativa (Resina pura)
2	UH1006	Pura	Comparativa (Resina pura)
3	XH1015/PEEK	60/40	Invencción
4	XH1015/XH6050	50/50	(Comparativa)
5	UH1016/PEEK/Silica	33/50/17	(Comparativa)
6	UH1016/XH1015	75/25	(Comparativa)
7	UH1016/XH1015/PEEK	20/50/30	(Comparativa)
8	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice	17/41/25/17	(Comparativa)

Las composiciones/materiales mencionados anteriormente se sometieron a ensayo según el procedimiento experimental descrito anteriormente, con el perfil de calentamiento descrito en la Tabla 1, con un único pase a través de la máquina de reflujo. Se observó un efecto de “estallido” como un defecto visual. Esto ocurrió cuando la humedad residual, recogida tras el acondicionamiento, se convirtió en vapor dentro de la parte, destruyendo de ese modo la dimensión de la parte. Se evaluaron las muestras. Se dio una calificación de “Pasa” a las muestras que no presentaron estallido, mientras que se dio una calificación de “Falla” a las muestras que presentaron un efecto de estallido. Los resultados se resumen en la Tabla 4 a continuación:

15

Tabla 4: Resultados de estallido para DoE de la composición de LED. Temperatura pico 260C, primer pase

Ej.	Composición	Seca (No acondicionada)			60°C/60% HR			80°C/85% HR		
		1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm
1	XH1015 (Comparativa)	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	n/a	Falla	Falla	n/a
2	UH1006 (Comparativa)	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
3	XH1015/PEEK (Invencción)	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa
4	XH1015/XH6050 (Comparativa)	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	n/a	Falla	Falla	Falla
5	UH1016/PEEK/Sílice (Comparativa)	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Pasa	Pasa	Falla
6	UH1016/XH1015 (Comparativa)	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
7	UH1016/XH1015/PEEK (Comparativa)	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
8	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla

## 20 Discusión

Estos resultados muestran que cuando las partes estaban secas (sin acondicionar), no sometidas a las condiciones de calor y humedad, todas las partes que tienen un grosor de 1 mm, 2 mm y 3 mm pasaron. Sin embargo, cuando las partes se expusieron a condiciones que incluyeron 60°C/HR de 60% (Humedad Relativa), la única composición que pasó a 1 mm, 2 mm y 3 mm fue la composición del Ejemplo 3. Todos los otros materiales/composiciones fallaron.

25

Cuando las partes se expusieron a condiciones que incluyeron 80°C/HR de 85%, la única composición que pasó a 1 mm, 2 mm y 3 mm fue la composición del Ejemplo 3. Todos los otros materiales/composiciones fallaron.

30

### **Ejemplos 9-16: Evaluación de alabeo a 260°C, 1<sup>er</sup> pase**

El fin de estos ejemplos fue evaluar ciertas composiciones según la presente invención para determinar ciertas propiedades de comportamiento, a saber, estabilidad dimensional, a través de un criterio de alabeo.

35

#### Técnicas de preparación

Las composiciones que ilustran formas de realización específicas de la presente invención se prepararon según el procedimiento de preparación de mezcla descrito anteriormente. También se usaron resinas puras. Las composiciones sometidas a ensayo se resumen en la Tabla 5.

40

Tabla 5

Ej.	Composición sometida a ensayo	Relación de mezclamiento	Descripción/Observaciones
9	XH1015	Pura	Comparativa (Resina pura)
10	UH1006	Pura	Comparativa (Resina pura)
11	XH1015/PEEK	60/40	Invencción
12	XH1015/XH6050	50/50	(Comparativa)
13	UH1016/PEEK/Sílice	33/50/17	(Comparativa)
14	UH1016/XH1015	75/25	(Comparativa)
15	UH1016/XH1015/PEEK	20/50/30	(Comparativa)
16	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice	17/41/25/17	(Comparativa)

Técnicas de ensayo

5 Las composiciones/materiales mencionados anteriormente se sometieron a ensayo según el procedimiento experimental descrito anteriormente, con el perfil de calentamiento descrito en la Tabla 1, con un único pase a través de la máquina de reflujo.

10 El alabeo de la parte se midió con un micrómetro. Una medida de alabeo aceptable se define como un incremento menor que 0,3 mm en el ápice de la parte. Las muestras que “estallaron” en los ejemplos previos no se midieron.

Resultados:

15 Tabla 6

260°C Primer pase		Seca			60°C/60% HR			80°C/85% HR		
Ej.	Compuesto	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm
9	XH1015 (Comparativo)	0,00	0,00	0,00	0,01					
10	UH1006 (Comparativo)	0,00	0,00	0,01	0,01					
11	XH1015/PEEK (Invencción)	0,00	0,01	0,03	0,00	0,01	0,03	0,00	0,01	0,02
12	XH1015/XH6050 (Comparativo)	0,00	0,04	0,05						
13	UH1016/PEEK/Sílice (Comparativo)	0,01	0,00	0,05	0,01	0,00	n/a	0,00	0,01	n/a
14	UH1016/XH1015 (Comparativo)	0,00	0,00	0,00						
15	UH1016/XH1015/PEEK (Comparativo)	0,00	0,01	0,02	0,00					
16	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice (Comparativo)	0,02	0,01	0,00	0,01	0,02	0,02	0,02		

Discusión

20 Como se evidencia a partir de la Tabla 6, todos los artículos mostraron una resistencia suficiente al alabeo y pasaron el criterio de alabeo. Ninguno de los ejemplos comparativos se comportó tan bien como las composiciones del ejemplo 11. Estos resultados muestran que cualquier parte que no estalló pasó el ensayo de alabeo para este perfil de calentamiento. Todas las partes secas (sin acondicionar) que tienen un grosor de 1 mm, 2 mm y 3 mm pasaron. Las partes acondicionadas a 60°C/HR de 60% y 85°C/HR de 85% también pasaron.

25 **Ejemplos 17-21: Evaluación de estallido a 260°C, 1<sup>er</sup> pase, de XH1015-PEEK**

De las composiciones evaluadas, la muestra de XH1015-PEEK se comportó mejor en el ensayo de reflujo. La composición pasó todas las condiciones durante el reflujo, y presentó la estabilidad dimensional más elevada.

30 La composición de P2-PEEK fue el foco de un segundo DoE, Tabla 7, y se añadió sílice como una reducción potencial de costes para la mezcla.

Tabla 7

Ejemplo	Composición sometida a ensayo	Relación de mezclamiento	Descripción/Observaciones
17	XH1015/PEEK/Sílice	75/15/10	Comparativa
18	XH1015/PEEK/Sílice	65/15/20	Comparativa
19	XH1015/PEEK/Sílice	55/15/30	Comparativa
20	XH1015/PEEK/Sílice	65/5/30	Comparativa
21	XH1015/PEEK/Sílice	25/66/9	Invencción

Las composiciones/materiales mencionados anteriormente se sometieron a ensayo según el Procedimiento Experimental descrito anteriormente, con el perfil de calentamiento descrito en la tabla 1, con un único pase a través de la máquina de reflujo. Se observó un efecto de “estallido” como un defecto visual. Esto se produjo cuando humedad residual, recogida tras el acondicionamiento, se convirtió en vapor dentro de la parte, destruyendo de ese modo la dimensión de la parte. Se evaluaron las muestras. Se dio una calificación de “Pasa” a las muestras que no presentaron estallido, mientras que se le dio una calificación de “Falla” a las muestras que presentaron un efecto de estallido. Los resultados se resumen en la Tabla 8 a continuación:

Tabla 8

260°C Un solo pase			Seca			60°C/HR de 60%			80°C/HR de 85%		
Ej.	Componente	Ratio	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm
17	XH1015/PEEK/Sílice	75/15/10	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Pasa	Falla	Falla
18	XH1015/PEEK/Sílice	65/15/20	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Pasa	Falla	Falla
19	XH1015/PEEK/Sílice	55/15/30	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Pasa	Falla	Falla
20	XH1015/PEEK/Sílice	65/5/30	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
21	XH1015/PEEK/Sílice	25/66/9	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa

Los resultados muestran que cuando las partes estaban secas (no acondicionadas), no sometidas a las condiciones de calor y humedad, todas las partes que tienen un grosor de 1 mm, 2 mm y 3 mm pasaron. Sin embargo, cuando las partes se expusieron a condiciones que incluyeron 60°C/HR de 60% (Humedad Relativa), la única composición que pasó a 1 mm, 2 mm y 3 mm fue la composición del Ejemplo 21. Todas las otras composiciones fallaron.

Cuando las partes se expusieron a condiciones que incluyeron 80°C/85% RH, la única composición que pasó a 1 mm, 2 mm y 3 mm fue la composición del Ejemplo 21. Todas las otras composiciones fallaron.

**Ejemplos 22-26: Evaluación de alabeo a 260°C, 1<sup>er</sup> pase, de XH1015-PEE3K**

De las composiciones evaluadas, la muestra de XH1015-PEEK se comportó mejor en el ensayo de reflujo. La composición pasó todas las condiciones durante el reflujo, y presentó la estabilidad dimensional más elevada.

La composición de P2-PEEK fue el foco de un segundo DoE, y se añadió sílice como una reducción potencial de costes para la mezcla.

El fin de estos ejemplos, mostrados en la Tabla 9, fue evaluar ciertas composiciones según la presente invención para determinar ciertas propiedades de comportamiento, a saber, estabilidad dimensional, a través del criterio de alabeo.

Tabla 9

Ejemplo	Composición sometida a ensayo	Relación de mezclamiento	Descripción/Observaciones
22	XH1015/PEEK/Sílice	75/15/10	Comparativa
23	XH1015/PEEK/Sílice	65/15/20	Comparativa
24	XH1015/PEEK/Sílice	55/15/30	Comparativa
25	XH1015/PEEK/Sílice	65/5/30	Comparativa
26	XH1015/PEEK/Sílice	25/66/9	Invención

Las composiciones/materiales mencionados anteriormente se sometieron a ensayo según el Procedimiento Experimental descrito anteriormente, con el perfil de calentamiento descrito en la Tabla 1, con un único pase a través de la máquina de reflujo.

El alabeo de la parte se midió con un micrómetro. Una medida de alabeo aceptable se define como un incremento menor que 0,3 mm en el ápice de la parte. Las muestras que “estallaron” en los ejemplos previos no se midieron.

**RESULTADOS:**

Tabla 10

			Seca			60°C/60% RH			80°C/85% RH		
Ej.	Componente	Relación	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm
22	XH1015/PEEK/Sílice	75/15/10	0,5	1,0	0,3	7,0	n/a	n/a	6,0	n/a	n/a
23	XH1015/PEEK/Sílice	65/15/20	3,5	2,0	0,3	5,0	n/a	n/a	14,0	n/a	n/a
24	XH1015/PEEK/Sílice	55/15/30	2,0	1,0	0,3	5,0	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a
25	XH1015/PEEK/Sílice	65/5/30	1,5	0,5	0,3	7	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a
26	XH1015/PEEK/Sílice	25/66/9	0,3	0,3	0	1	0,5	0,00	0,5	0,3	0,5

Los resultados en la Tabla 10 muestran que sólo el Ejemplo 26 pasó el ensayo de alabeo para este perfil de calentamiento. Cualquier otro ejemplo tuvo partes con fallos a cada condición de humedad.

5 **Ejemplos 27-34: Evaluación de estallido a 260°C, 2º pase**

El fin de estos ejemplos fue evaluar ciertas composiciones según la presente invención para determinar ciertas propiedades de comportamiento, a saber, estabilidad dimensional, efecto de estallido (si existe). Además, las composiciones se sometieron a un segundo pase/experimento para evaluar la robustez del material compuesto, con una segunda historia de calentamiento.

Procedimientos de preparación

Las composiciones que ilustran formas de realización específicas de la presente invención se prepararon según el procedimiento de preparación de mezcla descrito anteriormente. También se usaron resinas puras. Las composiciones sometidas a ensayo se resumen en la Tabla 11.

Tabla 11

Ejemplo	Composición sometida a ensayo	Relación de mezclamiento	Descripción/Observaciones
27	XH1015	Pura	Comparativa (Resina pura)
28	UH1006	Pura	Comparativa (Resina pura)
29	XH1015/PEEK	60/40	Invención
30	XH1015/XH6050	50/50	(Comparativa)
31	UH1016/PEEK/Sílice	33/50/17	(Comparativa)
32	UH1016/XH1015	75/25	(Comparativa)
33	UH1016/XH1015/PEEK	20/50/30	(Comparativa)
34	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice	17/41/25/17	(Comparativa)

20

Procedimientos de ensayo

Las composiciones/materiales mencionados anteriormente se sometieron a ensayo según el Procedimiento Experimental descrito anteriormente, con el perfil de calentamiento descrito en la Tabla 1, excepto que la composición respectiva se sometió a un segundo pase a través de la máquina de reflujo.

25

Se observó un efecto de "estallido" como un defecto visual. El estallido ocurrió cuando humedad residual, recogida tras el acondicionamiento, se convirtió en vapor dentro de la parte, destruyendo de ese modo la dimensión de la parte. Se evaluaron las muestras. Se dio una calificación de "Pasa" a las muestras que no presentaron estallido, mientras que se dio una calificación de "Falla" a las muestras que presentaron un efecto de estallido. Los resultados se resumen en la Tabla 12 a continuación.

30

RESULTADOS:

35

Tabla 12

Ej.	Composición	Seca			60°C/60% HR			80°C/85% HR		
		1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm
27	XH1015	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
28	UH1006	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
29	XH1015/PEEK	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa
30	XH1015/XH6050	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
31	UH1016/PEEK/Sílice	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Pasa	Falla	Falla
32	UH1016/XH1015	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
33	UH1016/XH1015/PEEK	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
34	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla

Discusión

Estos resultados muestran que cuando las partes estaban secas (sin acondicionar), no sometidas a las condiciones de calor y humedad, todas las partes que tienen un grosor de 1 mm, 2 mm y 3 mm pasaron. Sin embargo, cuando las partes se expusieron a condiciones que incluyeron 60°C/HR de 60% (humedad relativa), la única composición que pasó a 1 mm, 2 mm y 3 mm fue la composición del Ejemplo 29. Todos los otros materiales/composiciones fallaron.

45

Cuando las partes se expusieron a condiciones que incluyeron HR de 80°C/85%, la única composición que pasó a 1 mm, 2 mm y 3 mm fue la composición del Ejemplo 29. Todos los otros materiales/composiciones fallaron.

**Ejemplos 35-42: Alabeo a 260°C, 2º pase**

El fin de estos ejemplos fue evaluar ciertas composiciones según la presente invención para determinar ciertas propiedades de comportamiento, a saber, estabilidad dimensional, a través de un criterio de alabeo.

Técnicas de preparación

Las composiciones que ilustran formas de realización específicas de la presente invención se prepararon según el procedimiento de preparación de mezcla descrito anteriormente. También se usaron resinas puras. Las composiciones sometidas a ensayo se resumen en la Tabla 13.

Tabla 13

Ejemplo	Composición sometida a ensayo	Relación de mezclamiento	Descripción/Observaciones
35	XH1015	Pura	Comparativa (Resina Pura)
36	UH1006	Pura	Comparativa (Resina Pura)
37	XH1015/PEEK	60/40	Invencción
38	XH1015/XH6050	50/50	(Comparativa)
39	UH1016/PEEK/Sílice	33/50/17	(Comparativa)
40	UH1016/XH1015	75/25	(Comparativa)
41	UH1016/XH1015/PEEK	20/50/30	(Comparativa)
42	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice	17/41/25/17	(Comparativa)

Técnicas de ensayo

Las composiciones/materiales mencionados anteriormente se sometieron a ensayo según el Procedimiento Experimental descrito anteriormente, con el perfil de calentamiento descrito en la Tabla 1, excepto que la composición respectiva se sometió a un segundo pase a través de la máquina de reflujo.

El alabeo de la parte se midió con un micrómetro. Una medida de alabeo aceptable se define como un incremento menor que 0,3 mm en el ápice de la parte. Las muestras que “estallaron” en los ejemplos previos no se midieron.

RESULTADOS:

Tabla 14

260°C Segundo pase		Seca			60°C/60% HR			80°C/85% HR		
Ej.	Compuesto	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm
35	XH1015	0,00	0,03		0,00					
36	UH1006	0,00	0,00	0,01	0,00					
37	XH1015/PEEK	0,00	0,01	0,01	0,00		0,01	0,01		0,02
38	XH1015/XH6050	0,01	0,04							
39	UH1016/PEEK/Sílice	0,00	0,00		0,00	0,00		0,00		
40	UH1016/XH1015	0,00	0,00	0,00						
41	UH1016/XH1015/PEEK	0,01	0,01	0,02	0,01					
42	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice	0,01	0,01	0,00	0,01		0,02			

Estos resultados representados en la Tabla 14 muestran que cualquier parte que no estalló pasó el ensayo de alabeo para este perfil de calentamiento. Las partes secas (sin acondicionar) que tienen un grosor de 1 mm, 2 mm y 3 mm pasaron todas. Las partes acondicionadas a 60°C/HR de 60% y 85°C/HR de 85%, que pasaron el criterio de estallido, también pasaron el criterio de alabeo.

**Ejemplos 43-50: Evaluación de estallido a 270°C, 1º pase**

El fin de estos ejemplos fue evaluar ciertas composiciones según la presente invención para determinar ciertas propiedades de comportamiento, a saber, estabilidad dimensional, efecto de estallido (si existe).

Procedimientos de preparación

Las composiciones que ilustran formas de realización específicas de la presente invención se prepararon según el procedimiento de preparación de mezcla descrito anteriormente. También se usaron resinas puras. Las composiciones sometidas a ensayo se resumen en la Tabla 15.

Tabla 15

Ejemplo	Composición sometida a ensayo	Relación de mezclamiento	Descripción/Observaciones
43	XH1015	Pura	Comparativa (Resina Pura)
44	UH1006	Pura	Comparativa (Resina Pura)
45	XH1015/PEEK	60/40	Invencción
46	XH1015/XH6050	50/50	(Comparativa)
47	UH1016/PEEK/Sílice	33/50/17	(Comparativa)
48	UH1016/XH1015	75/25	(Comparativa)
49	UH1016/XH1015/PEEK	20/50/30	(Comparativa)
50	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice	17/41/25/17	(Comparativa)

5 Procedimientos de ensayo

Las composiciones/materiales mencionados anteriormente se sometieron a ensayo según la excepción que la composición respectiva se sometió a un único pase a través de la máquina de reflujo.

10 Se observó un efecto de “estallido” como un defecto visual. Esto ocurrió cuando la humedad residual, recogida tras el acondicionamiento, se convirtió en vapor dentro de la parte, destruyendo de ese modo la dimensión de la parte. Se evaluaron las muestras. Se dio una calificación de “Pasa” a las muestras que no presentaron estallido, mientras que se dio una calificación de “Falla” a las muestras que presentaron un efecto de estallido y de alabeo. Los resultados se resumen en la Tabla 16 a continuación:

Tabla 16: Resultados del estallido para DoE de la composición de LED. Temperatura pico 270C, primer pase

Ej.	Composición	Seca			60°C/60% RH			80°C/85% RH		
		1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm
43	XH1015	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
44	UH1006	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
45	XH1015/PEEK	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa
46	XH1015/XH6050	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
47	UH1016/PEEK/Sílice	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Pasa	Pasa	Falla
48	UH1016/XH1015	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
49	UH1016/XH1015/PEEK	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla
50	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla	Falla

20 Discusión

Estos resultados muestran que cuando las partes estaban secas (sin acondicionar), no sometidas a las condiciones de calor y humedad, las partes que tienen un grosor de 1 mm, 2 mm y 3 mm, sólo los ejemplos 44, 45, 47, 48, 49 y 50 pasaron. Sin embargo, cuando las partes se expusieron a condiciones que consistieron en 60°C/HR de 60% (Humedad Relativa), la única composición que pasó a 1 mm, 2 mm y 3 mm fue la composición del Ejemplo 45. Todos los otros materiales/composiciones fallaron.

30 Cuando las partes se expusieron a condiciones que incluyeron 80°C/HR de 85%, la única composición que pasó a 1 mm, 2 mm y 3 mm fue la composición del Ejemplo 45. Todos los otros materiales/composiciones fallaron.

**Ejemplos 51-58: Evaluación de alabeo a 270°C, 1<sup>er</sup> pase**

El fin de estos ejemplos fue evaluar ciertas composiciones según la presente invención para determinar ciertas propiedades de comportamiento, a saber, estabilidad dimensional, a través de un criterio de alabeo.

35 Técnicas de preparación

Las composiciones que ilustran unas formas de realización específicas de la presente invención se prepararon según el procedimiento de preparación de mezcla descrito anteriormente. También se usaron resinas puras. Las composiciones sometidas a ensayo se resumen en la Tabla 17.

Tabla 17

Ejemplo	Composición sometida a ensayo	Relación de mezclamiento	Descripción/Observaciones
51	XH1015	Pura	Comparativa (Resina Pura)
52	UH1006	Pura	Comparativa (Resina Pura)
53	XH1015/PEEK	60/40	Invencción
54	XH1015/XH6050	50/50	(Comparativa)
55	UH1016/PEEK/Sílice	33/50/17	(Comparativa)
56	UH1016/XH1015	75/25	(Comparativa)
57	UH1016/XH1015/PEEK	20/50/30	(Comparativa)
58	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice	17/41/25/17	(Comparativa)

## Técnicas de ensayo

- 5 Las composiciones/materiales mencionados anteriormente se sometieron a ensayo según el Procedimiento Experimental descrito anteriormente, con el perfil de calentamiento descrito en la Tabla 2, excepto que la composición respectiva se sometió a un único pase a través de la máquina de reflujo.
- 10 El alabeo de la parte se midió con un micrómetro. Una medida de alabeo aceptable se define como un incremento menor que 0,3 mm en el ápice de la parte. Las muestras que “estallaron” en los ejemplos previos no se midieron.

## Resultados:

15 Tabla 18

Ej.	270° C Primer pase Compuesto	Seca			60°C/60% HR			80°C/85% HR		
		1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm	1 mm	2 mm	3 mm
51	XH1015	0,00								
52	UH1006	0,00	0,00	0,01						
53	XH1015/PEEK	0,00	0,01	0,02	0,00	0,01	0,03	0,00	0,00	0,03
54	XH1015/XH6050	0,03								
55	UH1016/PEEK/Sílice	0,00	0,01		0,00	0,00		0,01	0,01	
56	UH1016/XH1015	0,00	0,00	0,00						
57	UH1016/XH1015/PEEK	0,01	0,00	0,02						
58	UH1016/XH1015/PEEK/Sílice	0,00	0,01	0,01						

- 20 Los resultados representados en la Tabla 18 muestran que cualquier parte que no estalló pasó el ensayo de alabeo para este perfil de calentamiento. Las partes secas (sin acondicionar) que tienen un grosor de 1 mm, 2 mm y 3 mm pasaron todas. Las partes acondicionadas a 60°C/HR de 60% y 85°C/HR de 85%, que pasaron el criterio de estallido, también pasaron el criterio de alabeo.

**Ejemplo 59:**

- 25 Se dio a conocer que VICTREX (TM) PEEK 150 tiene una absorción de humedad de aproximadamente 0,5% en peso, basado en la inmersión durante 24 horas según ASTM D570.

Estos resultados muestran que PEEK no se metaliza bien, y, como tal, sería una elección inadecuada a realizar para aplicaciones que incluyesen sustratos de reflector.

30

**REIVINDICACIONES**

1. Composición resistente a la humedad que comprende:
  - 5 a) de 20 a 80 por ciento en peso basado en el peso total de la composición de un copolímero de polieterimida realizado a partir de una mezcla monomérica que comprende dianhídrido de 3,3'-bisfenol-A (BPADA), y 4,4'-diaminodifenil sulfona (DDS);
  - 10 b) de 5 a 75 por ciento en peso basado en el peso total de la composición de polieteretercetona (PEEK); y
  - c) de 0 a 30 por ciento en peso basado en el peso total de la composición de una carga.
2. Composición resistente a la humedad según la reivindicación 1, en la que la mezcla monomérica comprende además 3-cloroanhídrido.
- 15 3. Composición resistente a la humedad según la reivindicación 1 o 2, que comprende: 80 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente a), 20 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente b), y 0 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente c).
- 20 4. Composición resistente a la humedad según la reivindicación 1 o 2, que comprende: 70 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente a), 30 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente b), y 0 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente c).
- 25 5. Composición resistente a la humedad según la reivindicación 1 ó 2, que comprende: 75 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente a), 15 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente b), y 10 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente c).
- 30 6. Composición resistente a la humedad según la reivindicación 1 o 2, que comprende: 65 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente a), 15 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente b), y 20 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente c).
- 35 7. Composición resistente a la humedad según la reivindicación 1 o 2, que comprende: 25 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente a), 66 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente b), y 9 por ciento en peso basado en el peso total de la composición del componente c).
- 40 8. Sustrato de reflector que comprende una capa resistente a la humedad metalizada con una capa reflectante, en el que la capa resistente a la humedad es la composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
- 45 9. Sustrato de reflector según la reivindicación 8, en el que la capa reflectante se selecciona de entre el grupo que consiste en plata, aluminio, y sus combinaciones.
10. Sustrato de reflector según la reivindicación 8 o 9, en el que el sustrato es un sustrato de un diodo emisor de luz.
- 50 11. Sustrato de reflector según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, en el que el sustrato es una parte y un componente en tecnologías de montaje en superficie y procedimientos de soldadura con soldaduras exentas de plomo.
- 55 12. Sustrato de reflector según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, en el que el sustrato de reflector no contiene una imprimación.
- 60 13. Procedimiento para producir un revestimiento metalizado sin una imprimación, que comprende aplicar una capa reflectante directamente a una capa resistente a la humedad en ausencia de una imprimación, en el que la capa resistente a la humedad es la composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
14. Procedimiento según la reivindicación 13, que comprende además secar la capa resistente a la humedad antes de aplicar la capa reflectante.
15. Procedimiento según la reivindicación 13 o 14, en el que la capa reflectante se aplica mediante electrodeposición o deposición en fase de vapor.