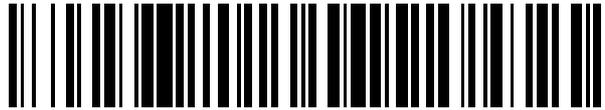


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 531 430**

51 Int. Cl.:

C08K 3/08

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.10.2010 E 10765464 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.12.2014 EP 2493968**

54 Título: **Poliamidas resistentes al envejecimiento por calor**

30 Prioridad:

27.10.2009 EP 09174173
17.05.2010 EP 10162960

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.03.2015

73 Titular/es:

BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es:

PRUSTY, MANORANJAN;
BAUMERT, MARTIN;
WILMS, AXEL;
DESBOIS, PHILIPPE;
TRAUT, ALEXANDER;
LIPPERT, GERALD y
KURIKOV, JORDAN

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 531 430 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

Poliamidas resistentes al envejecimiento por calor

La invención se refiere a materiales de moldeo termoplásticos, que contienen

- 5 A) del 10 al 99,999 % en peso de una poliamida,
- B) del 0,001 al 20 % en peso de polvo de hierro con un tamaño de partícula de como máximo 10 μm (valor d_{50}), que puede obtenerse mediante descomposición térmica de pentacarbonilhierro,
- C) del 0 al 70 % en peso de otros aditivos,

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

- 10 La invención se refiere además al uso de los materiales de moldeo de acuerdo con la invención para la fabricación de fibras, láminas y cuerpos moldeados de cualquier tipo, así como a los cuerpos moldeados que pueden obtenerse en este sentido.

- 15 Las poliamidas termoplásticas, tales como PA6 y PA66, a menudo se usan en forma de materiales de moldeo reforzados con fibra de vidrio como materiales de construcción para elementos constructivos, que durante su vida están expuestos a temperaturas elevadas, produciéndose daños termooxidativos. Si bien mediante la adición de estabilizadores térmico conocidos puede retrasarse el daño termooxidativo, no se puede prevenir a largo plazo, y se hace evidente por ejemplo en un nivel reducido de propiedades mecánicas. Es altamente deseable mejorar la resistencia al envejecimiento por calor (REC) de poliamidas, ya que esto puede lograr vidas más largas para elementos constructivos sometidos a tensión térmica, o puede reducir el riesgo de que estos fallen. Como alternativa, una REC mejorada también puede permitir el uso de los componentes a temperaturas mayores.

- 20 El uso de polvo de hierro elemental en poliamidas se conoce por los documentos DE-A 26 02 449, JP-A 09/221 590, JP-A 2000/86889 (en cada caso como material relleno), el documento JP-A 2000/256 123 (como adición decorativa), así como el documento WO 2006/074912 y el documento WO 2005/007727 (estabilizadores).

Por el documento EP-A 1 846 506 se conoce una combinación de estabilizadores que contienen Cu con óxidos de hierro para poliamidas.

- 25 La resistencia al envejecimiento por calor de los materiales de moldeo conocidos sigue siendo insuficiente, en particular durante periodos prolongados de tensión térmica.

La superficie de los cuerpos moldeados no es enteramente satisfactoria, ya que el envejecimiento por calor provoca puntos porosos, así como formación de burbujas.

- 30 La solicitud de EP más reciente, número de registro: 08171803.3, propone combinaciones de polietileniminas con polvo de hierro para mejorar la REC.

Por lo tanto, la presente invención se basaba en el objetivo de proporcionar materiales de moldeo de poliamida termoplásticos que tienen una REC mejorada y una buena superficie después del envejecimiento por calor, así como buenas propiedades mecánicas. La intención es mejorar el procesamiento por medio de procesos de soldadura, en particular para soldadura por vibración y procesos de soldadura con láser.

- 35 Por consiguiente, se descubrieron composiciones de moldeo definidas al principio. Formas de realización preferidas se desprenden de las reivindicaciones dependientes.

Los materiales de moldeo de acuerdo con la invención contienen como componente A) del 10 al 99,999 % en peso, preferentemente del 20 al 98 % en peso, y en particular del 25 al 94 % en peso, de por lo menos una poliamida.

- 40 Las poliamidas de los materiales de moldeo de acuerdo con la invención presentan por lo general un índice de viscosidad de 90 a 350 ml/g, preferentemente de 110 a 240 ml/g, determinado en solución al 0,5 % en peso en ácido sulfúrico al 96 % en peso a 25 °C de acuerdo con la norma ISO 307.

Se da preferencia a resinas semicristalinas o amorfas con un peso molecular (promedio en peso) de por lo menos 5.000, descritas por ejemplo en las siguientes patentes americanas 2 071 250, 2 071 251, 2 1 30 523, 2 1 30 948, 2 241 322, 2 312 966, 2 512 606 y 3 393 210.

- 45 Ejemplos de éstas son poliamidas que se derivan de lactamas con 7 a 13 miembros de anillo, tal como, policaprolactama, policapril-lactama y polilaurinlactama, así como poliamidas obtenidas mediante reacción de ácidos dicarboxílicos con diaminas.

Los ácidos dicarboxílicos que se pueden usar son ácidos alcanodicarboxílicos con 6 a 12, en particular de 6 a 10, átomos de carbono, y ácidos dicarboxílicos aromáticos. En este caso se mencionan sólo ácido adípico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido dodecanodioico y ácido tereftálico y/o isoftálico.

- 50

Las diaminas particularmente adecuadas son alcanodiaminas con 6 a 12, en particular de 6 a 8, átomos de carbono, así como m-xililendiamina (por ejemplo, Ultramid® X17 de BASF SE, una relación molar de MXDA con ácido adípico de 1:1), di(4-aminofenil)metano, di(4-aminociclohexil)metano, 2,2-di(4-aminofenil)-propano, 2,2-di(4-aminociclohexil)propano y 1,5-diamino-2-metil-pentano.

- 5 Las poliamidas preferidas son amida del ácido polihexametilendianídico, amida del ácido polihexametilensebácico y policaprolactama, así como copoliamidas 6/66, en particular, en particular con un porcentaje del 5 al 95 % en peso de unidades de caprolactama (por ejemplo, Ultramid® C31 de BASF SE).

Otras poliamidas adecuadas pueden obtenerse de ω-aminoalquil-nitrilos, por ejemplo, aminocapronitrilo (PA 6) y adipodinitrilo con hexametilendiamina (PA 66) mediante lo que es conocido como polimerización directa en presencia de agua, por ejemplo, como se describe en los documentos DE-A 10313681, EP-A 1198491 y EP 922065.

10 También se puede hacer mención a poliamidas que pueden obtenerse, por ejemplo, mediante condensación de 1,4-diaminobutano con ácido adípico a una temperatura elevada (poliamida 4,6). Procedimientos de preparación para poliamidas de esta estructura se describen por ejemplo en los documentos EP-A 38 094, EP-A 38 582 y EP-A 39 524.

- 15 Además son adecuadas poliamidas que pueden obtenerse mediante copolimerización de dos o más de los monómeros antes mencionados, o mezclas de varias poliamidas, siendo cualquiera la relación de mezcla. Se da particular preferencia a mezclas de poliamida 66 con otras poliamidas, en particular copoliamidas 6/66.

Otras copoliamidas que han probado ser particularmente ventajosas son copoliamidas parcialmente aromáticas, tales como PA 6/6T y PA 66/6T, en donde el contenido de triamina de éstas es menos de 0,5 % en peso, preferentemente menos de 0,3 % en peso (véase el documento EP-A 299 444). Otras poliamidas resistentes a altas temperaturas se conocen por el documento EP-A 1 9 94 075 (PA 6T/6I/MXD6).

20 La preparación de las copoliamidas parcialmente aromáticas preferidas con un contenido en triamina bajo puede tener lugar de acuerdo con los procedimientos descritos en los documentos EP-A 1 29 195 y 129 196.

25 La siguiente lista, que no es excluyente, contiene las poliamidas A) mencionadas y otras poliamidas A) en el sentido de la invención, y los monómeros contenidos:

Polímeros AB:

- PA 4 pirrolidona
 PA 6 ε-caprolactama
 PA 7 etanolactama
 30 PA 8 capril-lactama
 PA 9 ácido 9-aminopelargónico
 PA 11 ácido 11-aminoundecanoico
 PA 12 laurilactama

Polímeros AA/BB

- 35 PA 46 tetrametilendiamina, ácido adípico
 PA 66 hexametilendiamina, ácido adípico
 PA 69 hexametilendiamina, ácido azelaico
 PA 610 hexametilendiamina, ácido sebácico
 PA 612 hexametilendiamina, ácido decanodicarboxílico
 40 PA 613 hexametilendiamina, ácido undecanodicarboxílico
 PA 1212 1,12-dodecandiamina, ácido decandicarboxílico
 PA 1313 1,13-diaminotridecano, ácido undecanodicarboxílico
 PA 6T hexametilendiamina, ácido tereftálico
 PA 9T 1,9-nonanodiamina, ácido tereftálico

- 45 PA MXD6 m-xililendiamina, ácido adípico

Polímeros AA/BB

- PA 6I hexametilendiamina, ácido isoftálico
 PA 6-3-T trimetilhexametilendiamina, ácido tereftálico
 PA 6/6T (véase PA 6 y PA 6T)
 50 PA 6/66 (véase PA 6 y PA 66)
 PA 6/12 (véase PA 6 y PA 12)
 PA 66/6/610 (véase PA 66, PA 6 y PA 610)
 PA 6I/6T (véase PA 6I y PA 6T)
 PA PACM 12 diaminodiciclohexilmetano, laurilactama

PA 6I/6T/PACM	tal como PA 6I/6T + diaminodiecilohexilmetano
PA 12/MACMI	laurinactama, dimetil-diaminodiecilohexilmetano, ácido isoftálico
PA 12/MACMT	laurinactama, dimetil-diaminodiecilohexilmetano, ácido tereftálico
PA PDA-T	fenilendiamina, ácido tereftálico

- 5 Los materiales de moldeo de acuerdo con la invención contienen, como componente B), del 0,001 al 20 % en peso, preferentemente del 0,05 al 10 % en peso, y en particular del 0,1 al 5 % en peso, de polvo de hierro con un tamaño de partícula (denominado también tamaño de corpúsculo) como máximo de 10 μm (valor d_{50}), que puede obtenerse mediante descomposición térmica de pentacarbonil-hierro.

El hierro se produce en varias modificaciones alotrópicas:

- 10 1. α -Fe (ferrita) forma superficies cúbicas centradas en el espacio, es magnetizable, disuelve poco carbono, se produce en hierro puro hasta 928 °C. A 770 °C (temperatura de Curie) pierde sus propiedades ferromagnéticas y se vuelve paramagnética; el hierro en el intervalo de temperatura de 770 a 928 °C se denomina también β -Fe. A la temperatura habitual y a una presión de por lo menos 13000 MPa α -Fe se convierte en el denominado ϵ -Fe con una reducción de volumen de aproximadamente 0,20 cm^3/mol , aumentándose la densidad desde 7,85 hasta 9,1 (a 20000 MPa).
- 15 2. γ -Fe (austenita) forma superficies cúbicas centradas en las caras, es no magnética, disuelve mucho carbono y sólo puede observarse en el intervalo de temperatura desde 928 hasta 1398 °C.
3. δ -Fe, centrado en el espacio, existe entre 1398 °C y el punto de fusión 1539 °C.

20 El hierro metálico por lo general es plateado-blanco, con una densidad 7,874 (metal pesado), punto de fusión 1539 °C, punto de ebullición 2880 °C; calor específico (entre 18 y 100 °C) aproximadamente 0,5 $\text{g}^{-1} \text{K}^{-1}$, resistencia a la tracción de 220 a 280 N/mm^2 . Los valores son válidos para el hierro químicamente puro. A escala industrial se produce hierro mediante fundición de minerales de hierro, escorias de hierro, piritas calcinadas o polvo de alto horno, y re-fundición de pedacitos y aleaciones.

25 El polvo de hierro de acuerdo con la invención se produce mediante descomposición térmica de pentacarbonil-hierro, preferentemente a temperaturas de 150 °C a 350 °C. Las partículas que pueden obtenerse en este caso tienen una forma preferentemente esférica, por lo tanto forma esférica o casi esférica (también denominado esferolítica).

30 El polvo de hierro preferido presenta una distribución del tamaño de partícula (distribución del tamaño de corpúsculo) descrito más adelante, determinándose la distribución del tamaño de partícula por medio de dispersión de láser en una suspensión acuosa altamente diluida (por ejemplo, con un aparato Beckmann LS1 3320). El tamaño de partícula (y distribución) descrito más adelante en la presente se puede obtener opcionalmente mediante molienda y/o tamizado.

En este caso $d_{xx} = \text{XX} \%$ del volumen total de las partículas es menor que el valor.

35 Valores d_{50} : como máximo 10 μm , preferentemente de 1,6 a 8 μm , en particular de 2,9 a 7,5 μm , muy en particular de 3,4 a 5,2 μm

Valores d_{10} : preferentemente de 1 a 5 μm , en particular de 1 a 3 y muy en particular de 1,4 a 2,7 μm

Valores d_{90} : preferentemente de 3 a 35 μm , en particular de 3 a 12 μm , y muy en particular de 6,4 a 9,2 μm .

40 Preferentemente el componente B) presenta un contenido en hierro de 97 a 99,8 g/100 g, preferentemente de 97,5 a 99,6 g/100 g. El contenido en otros metales es preferentemente menor de 1000 ppm, en particular menos de 100 ppm, y muy en particular menos de 10 ppm.

45 El contenido en Fe se determina habitualmente mediante espectroscopía infrarroja. El contenido en C es preferentemente de 0,01 a 1,2 g/100 g, preferentemente de 0,05 a 1,1 g/100 g y en especial de 0,4 a 1,1 g/100 g. Este contenido en C en los polvos de hierro preferidos corresponde a polvos que no se reducen con hidrógeno después del proceso de descomposición térmica. El contenido en C se determina habitualmente por combustión de la cantidad de muestra en una corriente de oxígeno y después usando IR para detectar el gas de CO_2 resultante (por medio de un Leco CS230 o CS-mat 6250 de Juwe) siguiendo la norma ASTM E1019.

50 El contenido en nitrógeno es preferentemente como máximo de 1,5 g/100 g, preferentemente de 0,01 a 1,2 g/100 g. El contenido en oxígeno es preferentemente como máximo de 1,3 g/100 g, preferentemente de 0,3 a 0,65 g/100 g. N y O se determinan mediante calentamiento de la muestra a aproximadamente 2100 °C en horno de grafito. El oxígeno obtenido de la muestra en este caso se convierte en CO y se mide por medio de un detector IR. El N liberado en las condiciones de reacción de los compuestos que contienen N se descarga con el gas portador y se detecta y registra por medio de DCT (detector de conductividad térmica) (ambos métodos siguiendo la norma ASTM E1019).

ES 2 531 430 T3

La densidad aparente (*tap density*) es preferentemente de 2,5 a 5 g/cm³, en particular de 2,7 a 4,4 g/cm³. Esto por lo general significa la densidad cuando el polvo, por ejemplo, se carga en el contenedor y compactado por vibración. El polvo de hierro al cual se da preferencia pudo haber sido revestido en superficie con fosfato de hierro, con fosfito de hierro, o con SiO₂.

- 5 El área superficial de BET de acuerdo con la norma DIN ISO 9277 es preferentemente de 0,1 a 10 m²/g, en particular de 0,1 a 5 m²/g, preferentemente de 0,2 a 1 m²/g, y en particular de 0,4 a 1 m²/g.

A fin de lograr una distribución particularmente buena de las partículas de hierro, puede usarse una mezcla madre con un polímero. Los polímeros adecuados para este propósito son poliolefinas, poliésteres o poliamidas, y es preferible en este caso que el polímero de la mezcla madre sea el mismo que el componente A). El porcentaje de masa del hierro en el polímero por lo general es del 15 al 80 % en masa, preferentemente del 20 al 40 % en masa.

- 10 Los materiales de moldeo de acuerdo con la invención pueden contener, como componente C), hasta el 70 % en peso, preferentemente hasta el 50 % en peso, de otros aditivos.

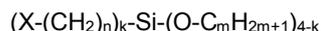
Los materiales de relleno en forma de fibra o de partícula C1) que se pueden mencionar son fibras de carbono, fibras de vidrio, esferas de vidrio, ácido silícico amorfo, silicato de calcio, metasilicato de calcio, carbonato de magnesio, caolín, creta, cuarzo en polvo, mica, sulfato de bario, y feldespato, y las cantidades de estos que pueden usarse son del 1 al 50 % en peso, en particular del 1 al 40 % en peso, preferentemente del 10 al 40 % en peso.

- 15 Los materiales de relleno en forma de fibra preferidos que se pueden mencionar son fibras de carbono, fibras de aramida, y fibras de titanato de potasio, dando particular preferencia a fibras de vidrio como vidrio E. Estas se pueden usar como mechas o en como vidrio cortado en las formas comercialmente disponibles.

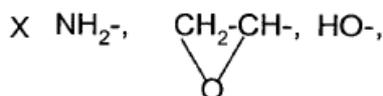
Los materiales de relleno en forma de fibra pueden haber sido pretratados en superficie con un compuesto de silano para mejorar la compatibilidad con el termoplástico.

- 20 Los materiales de relleno en forma de fibra pueden haber sido pretratados en superficie con un compuesto de silano para mejorar la compatibilidad con el termoplástico.

Compuestos de silano adecuados son aquellos de fórmula general



en la que los sustituyentes tienen el siguiente significado:



25

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.

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

Los compuestos de silano se usan por lo general usados en cantidades del 0,01 a 2 % en peso, preferentemente del 0,025 al 1,0 % en peso y en particular del 0,05 a 0,5 % en peso (con respecto a C) para el recubrimiento de superficie. También son adecuadas fibras de vidrio largas como componente C1), que se pueden usar en forma de mecha. Las fibras de vidrio usadas como mecha de acuerdo con la invención presentan un diámetro de 6 a 20 μm, preferentemente de 10 a 18 μm, siendo la sección transversal de las fibras de vidrio en este caso redonda, ovalada o poligonal. En particular, de acuerdo con la invención se usan fibras de vidrio E. Sin embargo, también es posible usar cualquier otro tipo de fibra de vidrio, por ejemplo, fibras de vidrio A, C, D, M, S o R, o cualquier mezcla deseada de las mismas, o una mezcla con fibras de vidrio E. La relación L/D (longitud/diámetro) es preferentemente de 100 a 4000, en particular de 350 a 2000, y muy en particular de 350 a 700.

- 35 40

También son adecuados materiales de relleno minerales aciculares.

En el sentido de la invención, por materiales de relleno minerales aciculares se entiende un material de relleno mineral con carácter acicular muy marcado. Como ejemplo se menciona wollastonita acicular. El mineral presenta preferentemente una relación de L/D (longitud con respecto a diámetro) de 8:1 a 35:1, preferentemente de 8:1 a 11:1. El material de relleno mineral pudo haber sido pretratado opcionalmente con los compuestos de silano antes mencionados, pero el pretratamiento no obligatoriamente necesario.

- 45

Como materiales de que se mencionan caolín, caolín calcinado, wollastonita, talco y creta, así como nanomateriales de relleno en forma de placa o aciculares, preferentemente en cantidades entre el 0,1 y el 10 %. Preferentemente se usan para ello boehmita, bentonita, montmorillonita, vermiculita, hectorita y laponita. Para obtener una buena compatibilidad de los nanomateriales de relleno en forma de placa con el aglutinante orgánico, se modifican orgánicamente los nanomateriales de relleno en forma de placa de acuerdo con el estado de la técnica. La adición

- 50

de los nanomateriales de relleno en forma de placa o aciculares a los nanomateriales compuestos de acuerdo con la invención lleva a un aumento adicional en resistencia mecánica.

Los materiales de moldeo de acuerdo con la invención pueden contener, como componente C2), del 0,05 al 3 % en peso, preferentemente del 0,1 al 1,5 % en peso, y en particular del 0,1 al 1 % en peso, de un lubricante.

- 5 Se prefieren las sales de Al, de metales alcalinos, o de metales alcalinotérreos, o ésteres o amidas de ácidos grasos con 10 a 44 átomos de C, preferentemente con 12 a 44 átomos de C.

Los iones de metal son preferentemente alcalinotérreos y Al, prefiriéndose en particular Ca o Mg.

Las sales de metal preferidas son estearato de Ca y montanato de Ca, así como estearato de Al.

También es posible usar mezclas de distintas sales, siendo cualquiera la relación de mezcla.

- 10 Los ácidos carboxílicos pueden ser monovalentes o divalentes. Ejemplos que se pueden mencionar son ácido pelargónico, ácido palmítico, ácido láurico, ácido margárico, ácido dodecanodioico, ácido behénico, y en particular preferentemente ácido esteárico, ácido cáprico, así como ácido montánico (una mezcla de ácidos grasos con 30 a 40 átomos de C).

- 15 Los alcoholes alifáticos pueden ser de monohidroxilados a tetrahidroxilados. Ejemplos de alcoholes son n-butanol, n-octanol, alcohol estearílico, etilenglicol, propilenglicol, neopentilglicol, pentaeritritol, dando preferencia a glicerol y pentaeritritol.

- Las aminas alifáticas pueden ser de monovalentes a trivalentes. Ejemplos de éstas son estearilamina, etilendiamina, propilendiamina, hexametildiamina, di(6-aminohexil)amina, dando particular preferencia a etilendiamina y hexametildiamina. Los ásteres o amidas preferidos son de manera correspondiente diestearato de glicerol, triestearato de glicerol, diestearato de etilendiamina, monopalmitato de glicerol, trilaurato de glicerol, monobehenato de glicerol y tetraestearato de pentaeritritol.

- 20 También es posible usar mezclas de distintos ésteres o amidas, o de ésteres con amidas en combinación, siendo cualquiera la relación de mezcla.

- 25 Los materiales de moldeo de acuerdo con la invención pueden contener, como componente C3), del 0,05 al 3 % en peso, preferentemente del 0,1 al 1,5 % en peso, y en particular del 0,1 al 1 % en peso, de un estabilizador de cobre, preferentemente de un haluro de Cu(I), en particular en mezcla con un haluro de metal alcalino, preferentemente KI, en particular en la relación 1:4, o de un fenol estéricamente impedido, o una mezcla de estos.

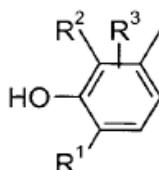
- 30 Como sales de cobre monovalente se tienen en cuenta preferentemente acetato de cobre (I), cloruro de cobre (I), bromuro de cobre (I) y yoduro de cobre (I). Éstos están contenidos cantidades de 5 a 500 ppm de cobre, preferentemente de 10 a 250 ppm, con respecto a poliamida.

- 35 Las propiedades ventajosas en particular se obtienen si el cobre está presente con distribución molecular en la poliamida. Esto se consigue cuando al material de moldeo se añade un concentrado que contiene la poliamida, una sal de cobre monovalente, y un haluro de metal alcalino en forma de una solución sólida, homogénea. Por ejemplo, un concentrado típico está compuesto del 79 al 95 % en peso de poliamida y del 21 al 5 % en peso de una mezcla compuesta de yoduro de cobre o bromuro de cobre y yoduro de potasio. La concentración de cobre en la solución homogénea sólida se encuentra preferentemente entre el 0,3 y el 3 % en peso, en particular entre el 0,5 y el 2 % en peso, con respecto al peso total de la solución, y la relación molar de yoduro cuproso con respecto a yoduro de potasio es de 1 a 11,5, preferentemente de 1 a 5.

- 40 Las poliamidas adecuadas para el concentrado son homopoliamidas y copoliamidas, en particular poliamida 6 y poliamida 6.6.

Los fenoles estéricamente impedidos adecuados C3) en principio son todos de los compuestos que tienen una estructura fenólica, que presentan por lo menos un grupo voluminoso en el anillo fenólico.

Preferentemente se tienen en cuenta, por ejemplo, compuestos de fórmula



- 45 en la que significan:

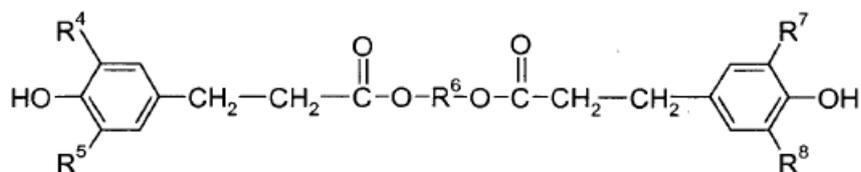
R¹ y R² un grupo alquilo, un grupo alquilo sustituido, o un grupo triazol sustituido, pudiendo ser los restos R¹ y R² idénticos o diferentes, y R³ es un grupo alquilo, un grupo alquilo sustituido, un grupo alcoxi o un grupo amino

sustituido.

Los antioxidantes del tipo antes mencionado se describen por ejemplo en el documento DE-A 27 02 661 (documento US-A 4 360 617).

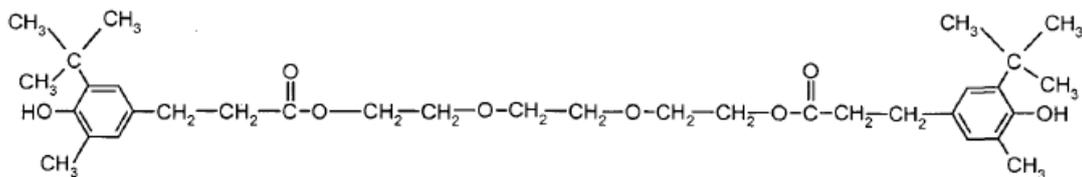
- 5 Otro grupo de fenoles esféricamente impedidos preferidos se provee por aquellos derivados de ácidos benzenocarboxílicos sustituidos, en particular de ácidos benzenopropiónicos sustituidos.

Compuestos particularmente preferidos de esta clase son compuestos de fórmula

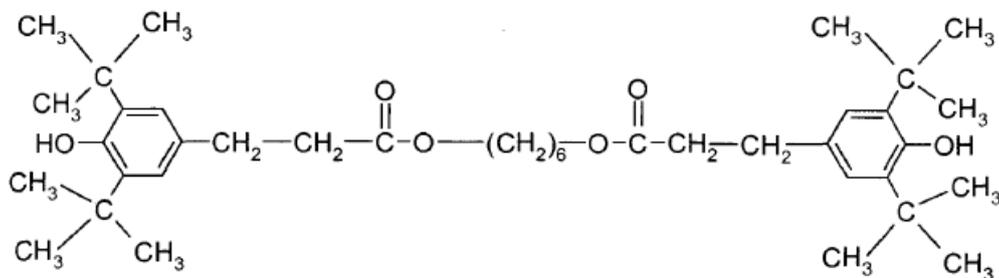


- 10 en la que R⁴, R⁵, R⁷ y R⁸, independientemente uno del otro, representan grupos alquilo C₁-C₈ que por su parte pueden estar sustituidos (por lo menos uno de estos siendo un grupo voluminoso), y R⁶ es un radical alifático divalente con 1 a 10 átomos de C, cuya cadena principal también puede tener enlaces de C-O.

Compuestos preferidos correspondientes a estas fórmulas son



(Irganox® 245 de la empresa BASF SE)



- 15 (Irganox® 259 de la empresa BASF SE)

A modo de ejemplo se mencionan en conjunto como fenoles estéricamente impedidos:

- 20 2,2'-metilen-bis-(4-metil-6-terc-butilfenol), 1,6-hexanodiol-bis[3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato], pentaeritritil-tetrakis-[3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxi-fenol)-propionato], diestearil-3,5-di-terc-butil-4-hidroxibencilfosfonato, 2,6,7-trioxa-1-fosfabciclo-[2.2.2]oct-4-il-metil-3,5-di-terc-butil-4-hidroxihidro-cinamato, 3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil-3,5-diestearil-tiotriazolamina, 2-(2'-hidroxi-3'-hidroxi-3',5'-di-terc-butilfenil)-5-chlorbenzotriazol, 2,6-di-terc-butil-4-hidroximetilfenol, 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxibencil)-benceno, 4,4'-metilen-bis-(2,6-di-terc-butilfenol), 3,5-di-terc-butil-4-hidroxibencil-dimetilamina.

- 25 Los compuestos que han probado ser particularmente efectivos y que por tanto se usan preferentemente son 2,2'-metilen-bis-(4-metil-6-terc-butilfenilo), 1,6-hexanodiol-bis[3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato] (Irganox® 259), pentaeritritil-tetrakis-[3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxi-fenol)-propionato], así como N,N'-hexametilen-bis-3,6-di-terc-butil-4-hidroxihidrocinaamida (Irganox® 1098), y el producto Irganox® 245 descrito anteriormente de Ciba Geigy, que es muy particularmente apropiado.

- 30 Los antioxidantes C), que se pueden usar de manera individual o como mezclas, están contenidos en una cantidad del 0,05 al 3 % en peso, preferentemente del 0,1 al 1,5 % en peso, en particular del 0,1 al 1 % en peso, con respecto al peso total de los materiales de moldeo A) a C).

En algunos casos, los fenoles estéricamente impedidos con no más de un grupo estéricamente impedido en posición orto con respecto al grupo hidroxilo fenólico han probado ser particularmente ventajosos; en particular cuando se

evalúa la estabilidad de color en almacenamiento en luz difusa a lo largo de periodos de tiempo prolongados.

Los materiales de moldeo de acuerdo con la invención pueden comprender, como componente C4), del 0,05 al 5 % en peso, preferentemente del 0,1 al 2 % en peso, y en particular del 0,25 al 1,5 % en peso, de una nigrosina.

5 Por nigrosinas se entiende por lo general un grupo de colorantes de fenazina de color negro o gris (colorantes de azina) relacionados con las indulinas en distintas formas de realización (solubles en agua, oleosolubles, solubles en alcohol), usados en teñido de lana e impresión de lana, en teñido negro de sedas, y en la coloración de piel, de cremas para calzado, de barnices, de plásticos, de lacas para estufa, de tintas, y similares, así como como colorantes de microscopio.

10 Las nigrosinas se obtienen industrialmente mediante calentamiento de nitrobenzeno, anilina y clorhidrato de anilina con hierro metálico y FeCl₃ (nombre derivado del latín niger = negro).

El componente C4) se puede usar en forma de base libre o también como sal (por ejemplo, clorhidrato).

Otros detalles concernientes a las nigrosinas se pueden encontrar por ejemplo en la enciclopedia electrónica Römpp Online, 5 Versión 2.8, Thieme-Verlag Stuttgart, 2006, entrada "Nigrosin".

15 Otros aditivos convencionales C) son por ejemplo en cantidades de hasta el 25 % en peso, preferentemente hasta el 20 % en peso, de polímeros elásticos como el caucho (a menudo también llamados modificadores de impacto, elastómeros o cauchos).

Muy en general se trata a este respecto de copolímeros que están construidos preferentemente por lo menos por dos de los siguientes monómeros: etileno, propileno, butadieno, isobuteno, isopreno, cloropreno, acetato de vinilo, estireno, acrilonitrilo y acrilatos y/o metacrilatos con 1 a 18 átomos de carbono en el componente de alcohol.

20 Los polímeros de este tipo se describen, por ejemplo, en Houben-Weyl, "Methoden der organischen Chemie", vol. 14/1 (Georg-Thieme-Verlag, Stuttgart, Alemania, 1061). Páginas 392 a 406, y en la monografía de C.B. Bucknall, "Toughened Plastics" (Applied Science Publishers, Londres, 1977).

Algunos tipos preferidos de dichos elastómeros se describen más adelante.

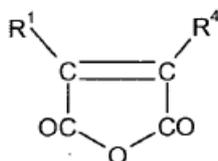
25 Los tipos preferidos de dichos elastómeros son aquellos conocidos como etileno-propileno (EPM) y cauchos de etileno-propileno-dieno (EPDM).

Los cauchos de EPM por lo general no tienen prácticamente ningún doble enlace, mientras que los cauchos de EPDM pueden tener de 1 a 20 enlaces dobles por 100 átomos de C.

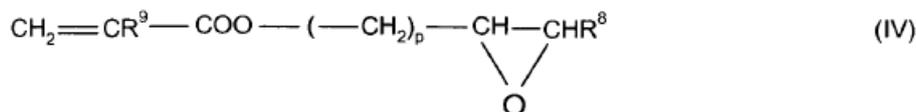
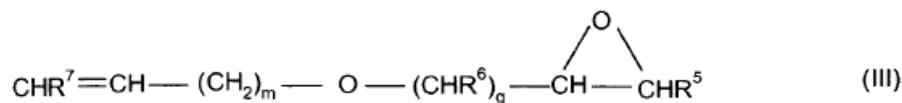
30 Ejemplos que se pueden mencionar de monómeros de dieno para cauchos de EPDM son dienos conjugados, tales como isopreno y butadieno, dienos no conjugados con 5 a 25 átomos de carbono, tales como 1,4-pentadieno, 1,4-hexadieno, 1,5-hexadieno, 2,5-dimetil-1,5-hexadieno y 1,4-octadieno, dienos cíclicos, tales como ciclopentadieno, ciclohexadienos, ciclooctadienos y diciticlo-pentadieno, así como alquilnorbornenos, tales como 5-etiliden-2-norborneno, 5-butilideno-2-norborneno, 2-metalil-5-norborneno y 2-isopropenil-5-norborneno, y triciclodienos, tales como 3-metiltríciclo-[5.2.1.0.2.6]-3,8-decadieno, y mezclas de los mismos. Se da preferencia a 1,5-hexadieno, 5-etilidenonorborneno y diciticlo-pentadieno. El contenido en dieno de los cauchos de EPDM es preferentemente del 0,5 al 50 % en peso, en particular del 1 al 8 % en peso, con respecto al peso total del caucho.

35 Los cauchos de EPM y cauchos de EPDM preferentemente también pudieron haberse injertado con ácidos carboxílicos reactivos o con derivados de estos. Ejemplos de estos son ácido acrílico, ácido metacrílico y derivados de los mismos, por ejemplo, (met)acrilato de glicidilo, así como anhídrido maleico.

40 Los copolímeros de etileno con ácido acrílico y/o ácido metacrílico y/o los ésteres de estos ácidos son otro grupo de cauchos preferidos. Los cauchos también pueden comprender ácidos dicarboxílicos, tales como ácido maleico o ácido fumárico, o derivados de estos ácidos, por ejemplo, ésteres y anhídridos, y/o monómeros que comprenden grupos epoxi. Estos monómeros que contienen derivados de ácido dicarboxílico o grupos epoxi preferentemente se incorporan en el caucho al agregar los monómeros de mezcla de monómero que contiene grupos de ácido dicarboxílico y/o grupos epoxi de las fórmulas generales I o II o III o IV



(II)



en las que R¹ a R⁹ representan hidrógeno o grupos alquilo teniendo de 1 a 6 átomos de carbono, y m es un número entero de 0 a 20, g es un número entero de 0 a 10 y p es un número entero de 0 a 5.

- 5 Los radicales R¹ a R⁹ significan preferentemente hidrógeno, en donde m es 0 ó 1 y g es 1. Los compuestos correspondientes son ácido maleico, ácido fumárico, anhídrido maleico, alil glicidil éter y vinil glicidil éter.

Los compuestos preferidos de las fórmulas I, II y IV son ácido maleico, anhídrido maleico y ésteres que contienen grupos epoxi del ácido acrílico y/o ácido metacrílico, tales como acrilato de glicidilo y metacrilato de glicidilo, y los ésteres con alcoholes terciarios, tal como acrilato de terc-butilo. Si bien los últimos no tienen ningún grupo carboxilo libre, su comportamiento aproxima al de los ácidos libres y por lo tanto se denominan monómeros con grupos carboxilo latentes.

10 Los copolímeros están ventajosamente compuestos del 50 al 98 % en peso de etileno, del 0,1 al 20 % en peso de monómeros que contienen grupos epoxi y/o ácido metacrílico y/o monómeros que contienen grupos anhídrido, así como la cantidad restante de (met)acrilatos.

15 Se da particular preferencia a copolímeros a partir de

del 50 al 98 % en peso, en particular del 55 al 95 % en peso, de etileno,

del 0,1 al 40 % en peso, en particular del 0,3 al 20 % en peso, de acrilato de glicidilo y/o metacrilato de glicidilo, ácido (met)acrílico y/o anhídrido maleico, y

del 1 al 45 % en peso, en particular del 5 al 40 % en peso, de acrilato de n-butilo y/o acrilato de 2-etilhexilo.

20 Otros ésteres preferidos del ácido acrílico y/o metacrílico son los ésteres metílico, etílico, propílico, isobutílico y terc-butílico.

Los comonómeros que se pueden usar junto a estos son ésteres vinílicos y vinil éteres.

25 Los copolímeros de etileno descritos anteriormente se pueden preparar por procesos conocidos por sí mismos, preferentemente por copolimerización estadística a alta presión y temperatura elevada. Los procedimientos correspondientes son en sí conocidos.

Otros elastómeros preferidos son polímeros en emulsión cuya preparación se describe, por ejemplo, por Blackley en la monografía "Polimerización por Emulsión". Los emulsores y catalizadores que se pueden usar son conocidos por sí mismos.

30 En principio, pueden usarse elastómeros contruidos de forma homogénea o también aquellos con una estructura de envuelta. La estructura de tipo envuelta se determina por el orden de adición de los monómeros individuales. La morfología de los polímeros también se ve afectada por este orden de adición.

35 Los monómeros que se pueden mencionar en este caso, meramente como ejemplos, para la preparación del porcentaje de caucho de los elastómeros son acrilatos, tales como acrilato de n-butilo y acrilato de 2-etilhexilo, metacrilatos correspondientes, butadieno e isopreno, así como mezclas de los mismos. Estos monómeros se pueden copolimerizar con otros monómeros, tales como estireno, acrilonitrilo, éteres vinílicos y con otros acrilatos o metacrilatos, tales como metacrilato de metilo, acrilato de metilo, acrilato de etilo o acrilato de propilo.

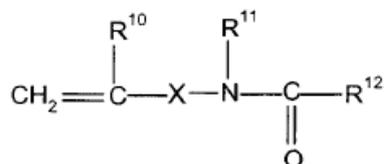
40 La fase blanda o de caucho (con una temperatura de transición vítrea de menos 0 °C) de los elastómeros puede ser el núcleo, la envoltura exterior o una envuelta intermedia (en el caso de elastómeros con estructura de más de dos envueltas). Los elastómeros que tienen más de una envuelta también pueden tener más de una envuelta compuesta de una fase de caucho.

Si uno o más componentes duros (con una temperatura de transición vítrea por debajo de 20 °C) están involucrados, aparte de la fase de caucho, en la estructura del elastómero, por lo general se preparan al polimerizar, como monómeros principales, estireno, acrilonitrilo, metacrilonitrilo, α-metilestireno, p-metilestireno y acrilatos o

metacrilatos, tales como acrilato de metilo, acrilato de etilo y metacrilato de metilo. Aparte de estos, también es posible usar porcentajes relativamente bajos de otros comonómeros.

Ha resultado ser ventajoso en algunos casos usar polímeros en emulsión que presentan grupos reactivos en sus superficies. Ejemplos de grupos de este tipo son grupos epoxi, carboxilo, carboxilo latente, amino o amida, así como grupos funcionales que se pueden introducir por uso conjunto de monómeros de fórmula general

5



en la que los sustituyentes pueden tener el siguiente significado:

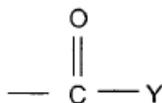
R¹⁰ hidrógeno o un grupo alquilo C₁ a C₄,

R¹¹ hidrógeno, un grupo alquilo de C₁ a C₈, o un grupo arilo, en particular fenilo,

10 R¹² hidrógeno, un grupo alquilo C₁ a C₁₀, un grupo arilo C₆ a C₁₂ u -OR¹³

R¹³ un grupo alquilo de C₁ a C₈ o un grupo arilo de C₆-C₁₂, que opcionalmente puede estar sustituido con grupos que contienen O o con grupos que contienen N,

X un enlace químico, un grupo alquileo de C₁ a C₁₀, o un grupo arileno de C₆-C₁₂, o



15 Y O-Z o NH-Z y

Z un grupo alquileo de C₁ a C₁₀ o arileno de C₆ a C₁₂.

Los monómeros de injerto descritos en el documento EP-A 208 187 también son adecuados para introducir grupos reactivos en la superficie.

20 Otros ejemplos que se pueden mencionar son acrilamida, metacrilamida y acrilatos y metacrilatos sustituidos, tales como metacrilato de (N-terc-butilamino)etilo, acrilato de (N,N-dimetilamino)-etilo, acrilato de (N,N-dimetilamino)metilo y acrilato de (N,N-dietilamino)etilo.

Las partículas de la fase de caucho también pueden estar reticuladas. Como monómeros que actúan como reticulantes son por ejemplo buta-1,3-dieno, divinilbenceno, ftalato de dialilo y acrilato de dihidrociclopentadienilo, así como los compuestos descritos en el documento EP-A 50 265.

25 También es posible usar los monómeros conocidos como monómeros de reticulación de injerto (*graft-linking monomers*), es decir, monómeros que tienen dos o más dobles enlaces polimerizables que reaccionan a velocidades diferentes durante la polimerización. Se da preferencia al uso de compuestos de este tipo en donde por lo menos un grupo reactivo polimeriza a aproximadamente la misma velocidad como los otros monómeros, mientras que el otro grupo reactivo (o grupos reactivos), por ejemplo, polimeriza significativamente más lento. Las velocidades de polimerización diferentes conllevan un cierto porcentaje de dobles enlaces insaturados en el caucho. Si otra fase después se injerta en un caucho de este tipo, por lo menos algunos de los enlaces dobles presentes en el caucho reaccionan con los monómeros de injerto para formar enlaces químicos, es decir, la fase injertada tiene por lo menos cierto grado de unión química a la base de injerto.

35 Ejemplos de monómeros de reticulación de injerto de este tipo son monómeros que comprenden grupos alilo, en particular ésteres de alilo de ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados, por ejemplo, acrilato de alilo, metacrilato de alilo, maleato de dialilo, fumarato de dialilo e itaconato de dialilo, y los compuestos de monoalilo correspondientes de estos ácidos dicarboxílicos. Aparte de estos hay una variedad amplia de otros monómeros de reticulación de injerto adecuados. Para más detalles puede remitirse en este caso, por ejemplo, al documento US-PS 4 148 846.

40 El porcentaje de estos monómeros de reticulación en el polímero modificador de la resistencia al impacto por lo general es hasta el 5 % en peso, preferentemente no más del 3 % en peso, con respecto al polímero modificador de la resistencia impacto.

Algunos polímeros en emulsión preferidos se enumeran continuación. En primer lugar se puede hacer mención en este caso de polímeros de injerto con un núcleo y con al menos una envuelta exterior, que tienen la siguiente estructura:

Tipo	Monómeros para el núcleo	Monómeros para la envoltura
I	Buta-1,3-dieno, isopreno, acrilato de n-butilo, acrilato de etilhexilo, o mezclas de los mismos	estireno, acrilonitrilo, metacrilato de metilo
II	tal como en I, pero con uso conjunto de agentes de reticulación	tal como en I
III	tal como en I o II	acrilato de n-butilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, 1,3-butadieno, isopreno, acrilato de etilhexilo
IV	tal como en I o II	tal como en I o III, pero con uso conjunto de monómeros con grupos reactivos, tal como se describe en el presente documento
V	estireno, acrilonitrilo, metacrilato de metilo, o mezclas de los mismos	primera envoltura de monómeros tal como se describe en I y II para el núcleo, segunda envoltura tal como se describe en I o IV para la envoltura

5 En lugar de polímeros de injerto cuya estructura tiene más de una envuelta, también es posible usar elastómeros homogéneos, es decir, de una envuelta de 1,3-butadieno, isopreno y acrilato de n-butilo o de copolímeros de los mismos. Estos productos, también, se pueden preparar por uso conjunto de monómeros de reticulación o de monómeros con grupos reactivos.

10 Ejemplos de polímeros en emulsión preferidos son copolímeros de acrilato de n-butilo/ácido (met)acrílico, copolímeros de acrilato de n-butilo/acrilato de glicidilo o acrilato de n-butilo/metacrilato de glicidilo, polímeros de injerto con un núcleo interno de acrilato de n-butilo o a base de butadieno y con una envoltura exterior de los copolímeros mencionados anteriormente, y copolímeros de etileno con comonómeros que suministran grupos reactivos.

15 Los elastómeros descritos también se pueden preparar por otros procedimientos convencionales, por ejemplo, por polimerización en suspensión.

También se da preferencia a cauchos de silicona, tal como se describe en el documento DE-A 37 25 576, el documento EP-A 235 690, el documento DE-A 38 00 603 y el documento EP-A 31 9 290.

Naturalmente, también es posible usar mezclas de los tipos de caucho expuestos anteriormente.

20 Los materiales de moldeo termoplásticos de la invención pueden contener, como componente C), agentes auxiliares de procesamiento convencionales, tales como estabilizadores, retardadores de oxidación, agentes para contrarrestar la descomposición térmica y descomposición por luz ultravioleta, lubricantes y agentes de desmoldeo, colorantes, tales como tintes y pigmentos, agentes de nucleación, plastificantes, etc.

25 Ejemplos de retardadores de oxidación y estabilizadores térmicos son fenoles estéricamente impedidos y/o fosfitos y aminas (por ejemplo, TAD), hidroquinonas, aminas secundarias aromáticas, tales como difenilaminas, distintos representantes sustituidos de estos grupos, y mezclas de los mismos, en concentraciones de hasta el 1 % en peso, con respecto al peso de los materiales de moldeo termoplásticos.

Como estabilizadores de UV, que se usan en general en cantidades de hasta el 2 % en peso, con respecto al material de moldeo, se mencionan varios resorcinoles sustituidos, salicilatos, benzotriazoles y benzofenonas.

30 Pueden añadirse como agentes colorantes pigmentos inorgánicos, tales como dióxido de titanio, azul ultramarino, óxido de hierro, y negro de humo, así como pigmentos orgánicos, tales como ftalocianinas, quinacridonas, perilenos así como tintes, tales como antraquinonas.

Como agentes de nucleación pueden usarse fenilfosfinato de sodio, óxido de aluminio, dióxido de silicio así como preferentemente talco.

35 Los materiales de moldeo termoplásticos de acuerdo la invención se pueden producir por procedimientos conocidos por sí mismos, al mezclar los componentes de partida en aparatos mezcladores convencionales, tales como extrusoras de husillo, molinos de Brabender, o molinos de Banbury, y después extruyendo los mismos. Después de

la extrusión, el extrudido se puede enfriar y triturarse. También es posible premezclar componentes individuales y después agregar los materiales de partida restantes individualmente y/o así mismo en forma de una mezcla. Las temperaturas de mezcla por lo general son de 230 a 320 °C. En otro modo preferido de operación, los componentes B) así como opcionalmente C) se pueden mezclar con un prepolímero, confeccionarse y granularse. El granulado obtenido se condensa en fase sólida a continuación bajo un gas inerte continuamente o de manera discontinua a una temperatura por debajo del punto de fusión del componente A) hasta que se haya alcanzado la viscosidad deseada.

Los materiales de moldeo de poliamida reforzados con fibra de vidrio larga de acuerdo con la invención se pueden producir por los procedimientos conocidos para la fabricación de granulado en barra reforzado con fibra larga, en particular mediante procedimientos de pultrusión, en donde la cadena de fibra continua (mecha) se impregna completamente por la fundición de polímero y después se enfría y se corta. El granulado en barra reforzado con fibra larga así obtenido, que presenta preferentemente una longitud de granulado de 3 a 25 mm, en particular de 5 a 14 mm, se puede procesar adicionalmente para dar piezas moldeadas mediante los procedimientos de procesamiento habituales (por ejemplo, fundición inyectada, compresión).

La relación de L/D preferida del granulado después de la pultrusión es de 2 a 8, en particular de 3 a 4,5.

Se pueden lograr propiedades particularmente buenas en la pieza moldeada al usar procedimientos de procesamiento no agresivos. No agresivo significa en este contexto en especial la evasión sustancial de ruptura de fibra excesiva y la severa reducción de longitud de fibra. En el caso de la fundición inyectada esto significa que es preferible usar husillos con relación de diámetro grande y compresión baja, en particular menor de 2, y canales de boquilla y canales de alimentación ampliamente dimensionados. Para completar, ha de prestarse atención a que los granulados en barra funden rápidamente con ayuda de altas temperaturas de cilindro (calentamiento por contacto), y las fibras no se trituren demasiado por sobre-exposición a esfuerzo cortante. Cuando se aplican estas medidas, se obtienen de acuerdo con la invención piezas moldeadas que tienen en promedio una longitud de fibra superior que las piezas moldeadas comparables producidas a partir de materiales de moldeo reforzados con fibra corta. De este modo se consigue una mejora adicional de las propiedades, en particular en la tracción, módulo de elasticidad, resistencia a la rotura por tracción, y resistencia al choque con probeta entallada.

La longitud de fibra después del procesamiento de la pieza moldeada, por ejemplo, mediante fundición inyectada, es habitualmente de 0,5 a 10 mm, en particular de 1 a 3 mm.

Los materiales de moldeo termoplásticos de acuerdo con la invención se caracterizan por una buena procesabilidad, en particular mediante procedimientos de soldadura tales como soldadura por vibración o soldadura con láser, junto con, al mismo tiempo, buenas propiedades mecánicas, así como resistencia a línea de soldadura claramente mejorada y superficie, así como estabilidad térmica.

Estos son adecuados para la fabricación de fibras, láminas y cuerpos moldeados de cualquier tipo. A continuación se mencionan algunos ejemplos: cubiertas de culata, cubiertas de motocicleta, tubos de admisión, tapones de carga-aire-enfriador, conectores de enchufe, engranajes, ruedas de ventilador, y tanques de agua de refrigeración.

En el sector eléctrico y electrónico, se pueden usar poliamidas de flujo mejorado para producir enchufes, partes de enchufe, conectores de enchufe, interruptores de membrana, módulos de tablero de circuitos impreso, componentes microelectrónicos, bobinas, conectores de enchufe I/O, enchufes para tableros de circuito impreso (PCB), enchufes para circuitos impresos flexibles (FPC), enchufes para circuitos integrados flexibles (FFC), conectores de enchufe de alta velocidad, tiras terminales, enchufes conectores, conectores de dispositivo, componentes de cable-arnés, monturas de circuito, componentes de circuito-montura, monturas de circuito moldeadas por inyección tridimensionalmente, conectores eléctricos, y componentes mecatrónicos.

Usos posibles en interiores de automóviles son para tableros, interruptores de columna de transmisión, componentes de asiento, reposacabezas, consolas centrales, componentes de caja de engranes, y módulos de puerta, y usos posibles en exteriores de automóviles son para manillas de puerta, componentes de espejo exterior, componentes de parabrisas-limpiador, alojamientos protectores de parabrisas-limpiador, rieles de techo, marcos de techos corredizos, cubiertas de motor, cubiertas de culata, tubos de admisión (en particular múltiples de admisión), limpiaparabrisas, así como componentes de carrocería exteriores.

Usos posibles de poliamidas de flujo mejorado en el sector de cocina y hogar son para la fabricación de componentes para dispositivos de cocina, por ejemplo, freidoras, planchas, perillas, así como aplicaciones en el sector de jardinería y recreación, por ejemplo, componentes para sistemas de irrigación, o dispositivos de jardinería, y perillas de puerta.

Ejemplos

I. Examen de diferentes polvos de hierro

Se usaron los siguientes componentes:

ES 2 531 430 T3

Componente A/1

Poliamida 66 con un índice de viscosidad IV de 148 ml/g, medido como solución al 0,5 % en peso ácido sulfúrico al 96 % a 25 °C de acuerdo con la norma ISO 307. (Se usó Ultramid® A27 de BASF SE).

Componente A/2

- 5 Poliamida compuesta de m-xililendiamina y ácido adípico (relación molar 1:1) con IV = 65 ml/g (Ultramid® X17 de BASF SE)

Componente A/3

PA6/66 (80:20) con IV de 176 ml/g (Ultramid® C31-01)

Componente A/4

- 10 PA 6 con IV 148 ml/g de acuerdo con la norma ISO 307 (Ultramid® B27)

Componente B/1

Todos los polvos de hierro tienen el N° de CAS 7439-89-6. Para la determinación del contenido en Fe, C, N y O, véanse las páginas 5 y 6 de la descripción.

Fe	g/100 g	mín. 97,7	Detección IR
C	g/100 g	máx. 1,0	IRS
N	g/100 g	máx. 1,0	TCD
O	g/100 g	máx. 0,6	IRS

- 15 Distribución del tamaño de partícula: (dispersión de láser con Beckmann LS13320)

d_{10} de 1,4 a 2,7 μm

d_{50} de 2,9 a 4,2 μm

d_{90} de 6,4 a 9,2 μm

Área superficial BET 0,44 m^2/g (de acuerdo con la norma DIN ISO 9277)

- 20 Componente B/2

Fe	g/100 g	min. 97,8	
C	g/100 g	0,6 - 0,9	
N	g/100 g	0,6 - 0,9	
O	g/100 g	0,45 - 0,65	
Distribución del tamaño de partícula:			
d_{10}	μm	máx. 1,0	
d_{50}	μm	máx. 2,0	
d_{90}	μm	máx. 3,0	
Densidad aparente	g/cm^3	3,4 - 4,0	Análogo a ASTM B 527

Área superficial BET: 0,93 m^2/g (de acuerdo con la norma DIN ISO 9277)

Componente B/3

Fe	g/100 g	min. 99,5
C	g/100 g	máx. 0,05
N	g/100 g	máx. 0,01
O	g/100 g	máx. 0,4

ES 2 531 430 T3

(continuación)

Recubrimiento de SiO ₂	mg/kg	0,08 - 0,12
Densidad aparente	g/cm ³	3,9 - 4,4
Distribución del tamaño de partícula:		
d ₁₀	μm	máx. 3
d ₅₀	μm	máx. 6
d ₉₀	μm	máx. 12

Área superficial BET: 0,32 m²/g (de acuerdo con la norma DIN ISO 9277)

Componente B/4

Fe	g/100 g	min. 97,2
Recubrimiento de FeP ₀₄	g/100 g	aprox. 0,5
C	g/100 g	máx. 1,1
N	g/100 g	máx. 1,2
O	g/100 g	máx. 0,6
Distribución del tamaño de partícula:		
d ₅₀	μm	3,4 - 4,5

5

Área superficial BET: 0,44 m²/g (de acuerdo con la norma DIN ISO 9277)

Componente B/5

Fe	g/100 g	min. 88
C	g/100 g	0,4 - 0,8
O	g/100 g	máx. 1,2
N	g/100 g	máx. 0,2
Recubrimiento de P	g/100 g	8,0 -11,0
Distribución del tamaño de partícula:		
d ₁₀	μm	máx. 3
d ₅₀	μm	máx. 6
d ₉₀	μm	máx. 18
Densidad aparente	g/cm ³	2,7 - 3,3

Área superficial BET: 0,89 m²/g (de acuerdo con la norma DIN ISO 9277)

10 Componente B6

Mezcla madre compuesta del 25 % de B/1 en polietileno

Componente B/7

Mezcla madre compuesta del 75 % de B/1 en polietileno

ES 2 531 430 T3

Componente B/1V

Shelfus 02 240 0 de Ciba Spezialitätenchemie GmbH (mezcla madre de polvo de Fe al 20 % en polietileno, $d_{50} = 30 \mu\text{m}$) Área superficial BET de acuerdo con la norma DIN ISO 9277: $0,20 \text{ m}^2/\text{g}$ Contenido en C: $0,012 \text{ g}/100 \text{ g}$

Componente C/1

5 Fibras de vidrio

Componente C/2a

Estearato de calcio

Componente C/3

Cul/KI en relación 1:4 (mezcla madre al 20 en PA6)

10 Componente C/4

Mezcla madre de PA6 al 40 % con nigrosina

Componente C/5

Pirofosfato de Na

Componente C/6

15 NaCl

Componente C/1V

Fe_2O_3 área superficial espec. de acuerdo con la norma DIN 66131 (BET) de 6,8 a $9,2 \text{ m}^2/\text{g}$ (Bayoxid E8708 de Lanxess)

Componente C/2V

20 Fe_3O_4 , BET $0,23 \text{ m}^2/\text{g}$ (Minelco Magni F50 de Minelco GmbH)

Componente C/7

Lupasol®	WF
M_w	25000
aminas prim./sec./terc.	1/1,2/0,76

Lupasol® = marca registrada de BASF SE

Se determinó la relación de aminas primarias/secundarias/terciarias por medio de espectroscopía de RMN de ^{13}C .

25 Los materiales de moldeo se produjeron en un ZSK 30 con producción de $10 \text{ kg}/\text{h}$ y un perfil de temperatura plano a aproximadamente $260 \text{ }^\circ\text{C}$.

Se llevaron a cabo las siguientes mediciones:

Ensayo de tracción según la norma ISO 527, valores característicos mecánicos antes y después de envejecimiento por calor a $220 \text{ }^\circ\text{C}$ en un horno de convección

30 IV: $c = 5 \text{ g}/\text{l}$ en ácido sulfúrico al 96 %, según la norma ISO 307

La presión de inyección se determinó en el punto de conversión durante la fundición inyectada para barras de tracción de acuerdo con la norma ISO 527.

Las tablas dan las composiciones de los materiales de moldeo y los resultados de las mediciones.

ES 2 531 430 T3

Tabla 1: Composiciones

Ej.	A/1 [% en peso]	A/2	A/3	A/4	C/2a	C/1	C/4	C/3	C/5	C/6	C/7	B/1V	3/1	B/2	B/3	B/4	B/5	C/1V	C/2V	B/6	B/7	
1	67,76				0,35	30	1,9															
2	63,75				0,35	30	1,9					4,0										
3	66,76				0,35	30	1,9						1,0									
4	67,46				0,35	30	1,9	0,3														
5	63,45				0,35	30	1,9	0,3				4,0										
3	66,46				0,35	30	1,9	0,3					1,0									
7	66,96				0,35	30	1,9	0,3					15									
3	66,46				0,35	30	1,9	0,3						1,0								
9	66,46				0,35	30	1,9	0,3							1,0							
10	66,46				0,35	30	1,9	0,3								1,0						
11	66,35				0,35	30	1,9	0,3									1,1					
12	66,07				0,35	30	1,9	0,3										1,4				
13	6,07				0,35	30	1,9	0,3											1,4			
14	65,50				0,35	30	1,9	0,3	0,5	0,5			1,0									
15	65,96				0,35	30	1,9	0,3			0,5		1,0									
16	66,46				0,35	30	1,9	0,3			0,5		0,5									
17	56,45		10,0		0,35	30	1,9	0,3					1,0									
18	46,45		20,0		0,35	30	1,9	0,3					1,0									
19	61,46	5,0			0,35	30	1,9	0,3					1,0									
20	63,46				0,35	30	1,9	0,3												4		
21	66,12				0,35	30	1,9	0,3														1,3
22	56,45			10,0	0,35	30	1,9	0,3					1,0									
23	46,45			20,0	0,35	30	1,9	0,3					1,0									

Ejemplo 5 para comparación con WO 2005/7727 y WO 2006/74912 - ejemplos 12 y 13 para comparación con el documento EP 1846506

5 Tabla 2: Resultados de medición

Ej.	Presión de inyección (bar)	IV	Módulo de elasticidad						Tensile strength (tensión de rotura)					
			0 h	500 h	750 h	1000 h	1250 h	1500 h	0 h	500 h	750 h	1000 h	1250 h	1500 h
1	391	153,9	9686	8564	5886	2968			188	82	42	9		
2	394	155,8	9656	10680	10119	9139			185	98	86	78		
3	387	157,9	9589	10092	9477	8067			182	161	133	109		
4	407	153,0	9663	9551	7386	frágil			191	97	55	frágil		

ES 2 531 430 T3

(continuación)

Ej.	Presión de inyección (bar)	IV	Módulo de elasticidad						Tensile strength (tensión de rotura)					
			0 h	500 h	750 h	1000 h	1250 h	1500 h	0 h	500 h	750 h	1000 h	1250 h	1500 h
5	417	144,8	9721	10764	9979	8202	7340	6090	190	94	76	76	76	71
3	369	148,0	9702	10721	10656	10342	10282	9607	183	159	151	151	142	125
7	394	149,0	9644	10689	10521	10514	10592	10119	188,5	160	151	148	149	140
3	340	149,2	9606	10509	10384	10156	10235	9714	182	159	154	148	144	131
3	341	124,7	9472	10528	10533	10619			180	151	147	138		
10	354	145,6	9719	10743	10386	10280			186	164	154	150		
11	321	134,2	9572	10491	10147	9871	9250	8448	175	165	153	133	119	102
12	346	146,7	9588	1024 8	9666	ensayo no pos.			168	137	120	ensayo no pos.		
13	335	141,8	9695	10354	9934	ensayo no pos.			171,5	144	129	ensayo no pos.		
14	267	143,3	10148	11055	10793	9858			190,5	104	94	88		
15	268	136,2	9897	10865	10643	10726			177	132	127	109		
16	273	129,3	10167	10966	10883	10453	10979	10900	184,5	136	137	133	132	139
17	347	138,9	9399	10497	10410	10435	10418	10611	175	163	166	125	168	173
18	354	139,6	9392	10291	10237	10272	10225	10277	171,5	167	169	129	171	171
19	321	128,1	10009	10902	10764	10492	10117	9719	191	176	170	133	144	127
20	373	128,1	9598	10340	10280	10123	9738	9623	172	158	133	102	133	127
21	365	144,2	9749	10490	10466	10341			182,5	161	147	100		
22	314	142,2	9831	10927	10535	10774		10640	185	180	178	178		177
23	367	139,6	9665	10889	10658	10630		10792	183	179	180	183		185

<i>Elongation at break (alargamiento de rotura)</i>						
Ej.	0 h	500 h	750 h	1000 h	1250 h	1500 h
1	3,6	1,2	1,0	0,4		
2	3,2	1,3	1,2	1,1		
3	3,3	2,2	1,8	1,7		
4	3,6	1,2	0,9	frágil		
5	3,2	1,3	1,0	1,3	1,3	1,3
6	3,4	1,9	1,8	1,8	1,7	1,6
7	3,5	2,0	1,8	1,8	1,7	1,6
8	3,3	2,0	1,9	1,9	1,8	1,7
9	3,5	1,9	1,9	1,7		
10	3,3	2,1	1,9	1,9		
11	3,0	2,1	1,9	1,7	1,6	1,5
12	2,6	1,7	1,5	ensayo no pos.		
13	2,7	1,8	1,6	ensayo no pos.		

ES 2 531 430 T3

	<i>Elongation at break</i> (alargamiento de rotura)					
Ej.	0 h	500 h	750 h	1000 h	1250 h	1500 h
14	2,9	1,4	1,3	1,3		
15	2,6	1,4	1,4	1,2		
16	2,7	1,5	1,5	1,3	1,5	1,6
17	3,4	2,1	2,2	1,4	2,3	2,4
18	3,5	2,2	2,3	1,5	2,6	2,6
19	3,1	2,1	2,1	1,5	1,8	1,6
20	3,1	2,1	1,7	1,1	1,7	1,7
21	3,2	2,0	1,8	1,1		
22	3,4	2,3	2,4	2,3		2,3
23	3,6	2,3	2,5	2,7		2,6

II. PA 46 como matriz

Los componentes correspondieron a la parte I, pero PA 46 con IV: 151 ml/g (Stanyl® de DSM) se usó como componente A/5 y se usó etilenbistearilamida como componente C/2b.

5

Tabla 3:

Nº de Ej.	A/5 (%)	C/1 (%)	C/2b (%)	C/4 (%)	C/3 (%)	C/5 (%)	C/6 (%)	B/1V (%)	B/1 (%)
1V	64,46	30	0,34	1,9	0,3	0	0	3,0	0
1	65,75	30	0,34	1,9	0,3	0,5	0,46	0	0,75

Tabla 4: Envejecimiento por calor a 200 °C

Nº de Ej.	Módulo de elasticidad				
	0 h	250 h	750 h	1250 h	1500 h
1V	9800	10200	9900	9000	8800
1	10000	10500	10000	8500	7900

Nº de Ej.	<i>Tensile strength</i> (tensión de rotura)				
	0 h	250 h	750 h	1250 h	1500 h
1V	195	169	114	82	74
1	197	178	125	89	76

10

Nº de Ej.	<i>Elongation at break</i> (alargamiento de rotura)				
	0 h	250 h	750 h	1250 h	1500 h
1V	3,0	2,1	1,3	1,0	1,0
1	2,7	2,2	1,5	1,3	1,4

Tabla 5: Envejecimiento por calor a 220 °C

Nº de Ej.	Módulo de elasticidad				
	0 h	250 h	750 h	1250 h	1500 h
1V	9800	10200	9900	9800	9800
1	10000	10400	10500	10300	10500

Nº de Ej.	<i>Tensile strength</i> (tensión de rotura)				
	0 h	250 h	750 h	1250 h	1500 h
1V	195	125	95	86	79
1	197	155	137	130	116

Nº de Ej.	<i>Elongation at break</i> (alargamiento de rotura)				
	0 h	250 h	750 h	1250 h	1500 h
1V	3,0	1,5	1,2	1,1	1,0
1	2,7	1,8	1,6	1,4	1,3

5

III. Composiciones reforzadas con fibra de vidrio alargada

Los componentes correspondieron a I., sin embargo se usó una mecha de fibra de vidrio con diámetro 17 µm se usó como componente C/8.

Los materiales de moldeo se produjeron de la siguiente manera:

10

1) Condiciones de pultrusión:

Ajuste de temperatura para extrusora	285 °C
Cámara de impregnación	290 °C
Pre calentamiento de mecha	180 °C
Velocidad de despegue	9 a 12 m/min
Longitud de granulado	12 mm
L/D del granulado	4

15

2) L/D de fibra de vidrio después de fundición inyectada 120

Las probetas usadas para la determinación de las propiedades se obtuvieron por medio de fundición inyectada (temperatura de inyección 280 °C, temperatura de fusión 80 °C).

20

ES 2 531 430 T3

Tabla 6

Nº de Ej.	A/1 (%)	A/3 (%)	C/2a (%)	C/8 (%)	C/4 (%)	C/3 (%)	B/6 (%)
1	33,45	10,0	0,35	50	1,9	0,3	4
2V	37,45	10,0	0,35	50	1,9	0,3	0
3	53,45	10,0	0,35	30	1,9	0,3	4
4V	57,45	10,0	0,35	30	1,9	0,3	0

Tabla 7: Envejecimiento por calor a 200 °C

Nº de Ej.	Módulo de elasticidad					
	0 h	500 h	1000 h	1500 h	2000 h	2500 h
1	16051	17235	16698	16835	16096	16118
2V	16425	17335	16998	16844	15160	11538
3	10274	11156	10728	10888	10294	10475
4V	10122	11472	10970	10363	8005	no medido

Nº de Ej.	<i>Tensile strength</i> (tensión de rotura)					
	0 h	500 h	1000 h	1500 h	2000 h	2500 h
1	243	212	245	208	203	192
2V	268	188	232	178	128	84
3	180	167	179	174	167	155
4V	187	176	166	115	58	no medido

Nº de Ej.	<i>Elongation at break</i> (alargamiento de rotura)					
	0 h	500 h	1000 h	1500 h	2000 h	2500 h
1	2,0	1,5	1,9	1,5	1,6	1,5
2V	2,3	1,3	1,7	1,3	1,0	0,9
3	2,0	1,8	1,9	1,9	1,9	1,8
4V	2,1	1,9	1,7	1,3	0,8	no medido

5

Tabla 8: Envejecimiento por calor a 220 °C

Nº de Ej.	Módulo de elasticidad					
	0 h	500 h	1000 h	1500 h	2000 h	2500 h
1	16051	16958	17419	16142	16984	15707
2V	16425	17475	10750	836	no medido	no medido
3	10274	10648	11106	11001	10922	10393
4V	10122	11094	10465	5932	no medido	no medido

ES 2 531 430 T3

Nº de Ej.	<i>Tensile strength</i> (tensión de rotura)					
	0 h	500 h	1000 h	1500 h	2000 h	2500 h
1	243	260	218	228	178	114
2V	268	249	53	0,9	no medido	no medido
3	180	179	169	170	152	112
4V	187	181	11 5	45	no medido	no medido

Nº de Ej.	<i>Elongation at break</i> (alargamiento de rotura)					
	0 h	500 h	1000 h	1500 h	2000 h	2500 h
1	2,0	2,1	1,6	1,8	1,2	0,8
2V	2,3	1,9	0,6	0	no medido	no medido
3	2,0	1,9	1,8	1,8	1,6	1,2
4V	2,1	1,9	1,3	0,9	no medido	no medido

IV. Soldadura por vibración

Se usaron los mismos componentes usados que en I.

Tabla 9:

Nº de Ej.	A/1 (%)	A/3 (%)	C/1 (%)	C/2 ^a (%)	C/4 (%)	C/3 (%)	B/1 (%)
1V	67,45	0	30	0,35	1,9	0,3	0
1	66,45	0	30	0,35	1,9	0,3	1,0
2	46,45	20	30	0,35	1,9	0,3	1,0

5

Tabla 10: Cuerpos moldeados soldados por vibración

Propiedades mecánicas después de envejecimiento por calor a 220 °C

Nº de Ej.	<i>Tensile strength</i> (MPa) (Resistencia a la tracción)		
	0 h	500 h	1000 h
1V	77	24	3
1	78	26	15
2	77	55	35

Nº de Ej.	<i>Bending strength</i> (MPa) (tensión por flexión)		
	0 h	500 h	1000 h
1V	127	38	1
1	126	51	26
2	136	115	102

ES 2 531 430 T3

Descripción de ensayo: Soldadura por vibración de plásticos técnicos

Probetas

5 Para examinar la influencia del material en el proceso de soldadura y la calidad de unión se usan probetas en forma de placas. El uso de un espacio de película sobre el ancho entero del fundición inyectada logra orientación de fundición uniforme y evita inhomogeneidad. El grosor de las placas moldeadas por inyección es 4 mm, y la región de bebedero es eliminada al serruchar de modo que las dimensiones de las láminas son 110 mm x 110 mm. Una sierra circular entonces se usa para reducir a la mitad las placas en la dirección de inyección, dándoles dimensiones finales de aproximadamente 55 mm x 110 mm. En los procesos por soldadura que siguen, se sueldan los bordes externos (no aserrados). El área de unión resultante es 440 mm². La placa estándar sirve como probeta geoméricamente simple para analizar los efectos de materiales y/o de parámetros en la calidad de la unión. La forma simple de la placa permite fijación segura en la herramienta de soldadura, ya que toda la longitud está soportada en ambos lados en la herramienta.

Máquina de soldadura

15 Los ensayos de soldadura se llevan a cabo en una máquina de soldadura por vibración lineal de la empresa Branson Modelo de ultrasonido M-102 H.

Proceso de soldadura

20 Las placas de soldadura se sueldan con la forma de vibración "lineal-longitudinal". El modo usado para los estudios de soldadura por vibración es "soldadura controlada por desplazamiento con nivel de presión constante". Los ensayos tienen lugar a amplitud constante de 0,9 mm y presión de soldadura constante de 1,6 MPa. La frecuencia de vibración usada es la frecuencia de resonancia, que es aproximadamente 220 Hz. Dos pruebas de soldadura se llevan a cabo para cada parámetro/ajuste de material.

Ensayo mecánico

25 Las muestras planas necesarias para los ensayos de tracción y flexión se cortan con una sierra circular a una anchura de 25 mm perpendicularmente con respecto a la superficie soldada. Se someten a ensayo tres muestras de una placa soldada de cada parámetro/ajuste de material. La gota de soldadura no se retira en este caso.

V: Poliamida parcialmente aromática (6T/6I/MXD.T/I)

Tabla 11:

Composiciones (% en peso)												
Ej.	A/6	A/4	B/1	C/1	C/2	C/3	C/4	C/5	C/6	C/7	C/8	C/9
1	64,10			35,00	0,05	0,35						0,50
2	58,85			35,00	0,05	0,35	1,25	4,00				0,50
3	59,45			35,00	0,05	0,35		4,00	0,65			0,50
4	59,80			35,00	0,05	0,35		4,00			0,30	0,50
5	49,80	10,00		35,00	0,05	0,35		4,00			0,30	0,50
6	55,80		4,00	35,00	0,05	0,35		4,00			0,30	0,50
7	45,80	10,00	4,00	35,00	0,05	0,35		4,00			0,30	0,50
8	45,30	10,00	4,00	35,00	0,05	0,35		4,00		0,50	0,30	0,50

A/6

30 Poliamida parcialmente aromática a base de 6.T/6.I/MXD.T/I con un 64 % en peso de unidades 6.T, un 29 % en peso de 6.I y un 7 % en peso de unidades MXD.T/MXD.I. IV medido del polímero de base: 90 ml/g (0,5 % en peso en ácido sulfúrico al 96 % a 25 °C, ISO 307).

T = ácido tereftálico I = ácido isoftálico MXD = m-xililendiamina

A/4 (véase I.)

35 Poliamida 6 con IV de 148 ml/g (ISO 307; Ultramid® B27).

B/1

Lote del 25 % en peso de B/1 (véase I.) en Poliamida 66.

C/1

Fibras de vidrio con diámetro medio de 10 µm

5 C/2

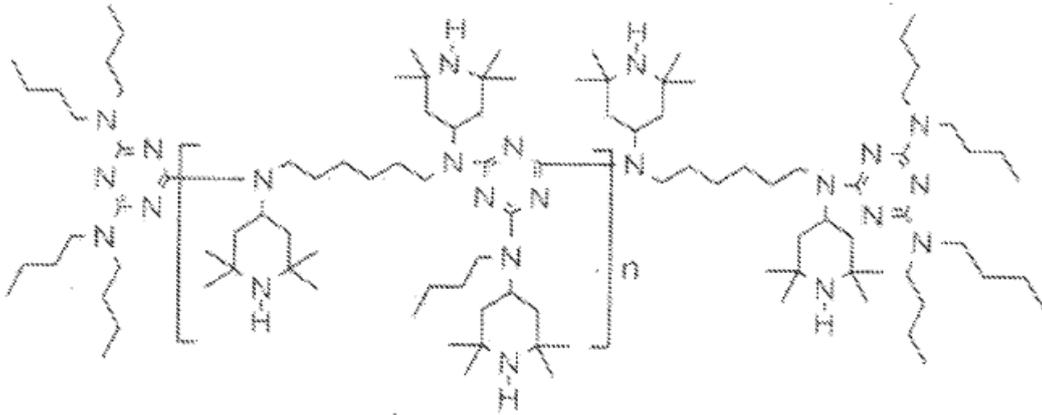
Talco

Cera de polietileno parcialmente oxidada (número de acidez 15-19 mg de KOH/g; viscosidad en fundido a 120 °C; 350-470 mm²/s ((DGF M-III 8); Luwax® OA5)

C/4

10 Mezcla de distintos aditivos (partes basadas en peso):

1 parte de N,N'-hexano-1,6-dihilbi(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenilpropionamida)) (Irganox® 1098),
1 parte de amina impedida de alto peso molecular con la siguiente estructura (Chimassorb® 2020):



15 1 parte de 2,2'-metilen-bis(6-(2H-benzotriazol-2-il)-4-1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol) (Tinuvin® 360),
4 partes de una mezcla madre de negro de humo (30 % en peso en LDPE)

C/5

Caucho de etileno-acrilato de butilo, funcionalizado con anhídrido maleico (Fusabond® NM 598D)

C/6

4,3'-bi(alfa, alfa-dimetilbencil)difenilamina (Naugard® 445)

20 C/7

Polietilenimina con M_w ~ 25000 g/mol y con una relación de amina primaria:secundaria:terciaria de 1:1,20:0,76 (Lupasol® WF)

C/8

CuI/KI en una relación de 1:4

25 C/9

Montanato de calcio

ES 2 531 430 T3

Tabla 12:
Envejecimiento por calor en horno de convección a 235 °C

Nº de Ej.	Cambio relativo en peso de una muestra de tensión en comparación con valor inicial (0 h) %				
	0 h	250 h	500 h	750 h	1000 h
1	100	90,6	77,0	65,8	64,0
2	100	97,8	90,1	79,0	68,9
3	100	95,5	91,7	68,5	64,6
4	100	97,2	90,1	79,7	71,8
5	100	97,1	96,1	93,7	90,2
6	100	98,5	96,5	91,2	85,0
7	100	99,5	97,8	97,4	96,9
8	100	98,0	97,9	97,4	96,9

Nº de Ej.	Módulo de elasticidad / MPa				
	0 h	250 h	500 h	750 h	1000 h
1	13300	14000	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
2	12700	12640	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
3	12000	12300	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
4	11900	12530	12750	12520	— ^{a)}
5	11900	12240	13230	12760	12870
6	11000	11700	12080	10970	10840
7	10900	11740	12700	11990	11850
8	10900	11780	12570	11960	11800

a) Barras de tracción muy envejecidas, se rompen ya con una ligera presión; sin medición posible

Nº de Ej.	Resistencia a la tracción / MPa				
	0 h	250 h	500 h	750 h	1000 h
1	194	70	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
2	186	92	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
3	209	60	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
4	205	98	56	45	— ^{a)}
5	210	126	124	114	105
6	170	147	131	93	81
7	188	207	212	202	198
8	187	202	218	206	198

5 a) Barras de tracción muy envejecidas, se rompen ya con una ligera presión; sin medición posible

ES 2 531 430 T3

Nº de Ej.	Alargamiento de rotura / %				
	0 h	250 h	500 h	750 h	1000 h
1	2,1	0,5	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
2	1,8	0,8	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
3	2,3	0,5	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
4	2,3	0,9	0,5	0,4	— ^{a)}
5	2,4	1,2	1,2	1,1	1,1
6	1,9	1,4	1,3	0,9	0,9
7	2,4	2,2	2,2	2,1	2,1
8	2,3	2,1	2,3	2,2	2,0

a) Barras de tracción muy envejecidas, se rompen ya con una ligera presión; sin medición posible

Nº de Ej.	Resistencia al impacto (Charpy, sin ranura) / kJ/m ²				
	0 h	250 h	500 h	750 h	1000 h
1	40	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
2	42	12	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
3	59	6	— ^{a)}	— ^{a)}	— ^{a)}
4	58	15	7	4	— ^{a)}
5	— ^{b)}	— ^{b)}	— ^{b)}	— ^{b)}	— ^{b)}
6	60	31	22	19	— ^{a)}
7	58	51	61	58	65
8	59	41	66	61	44

a) Barras muy envejecidas, se rompen ya con una ligera presión; sin medición posible

b) no probado

REIVINDICACIONES

1. Materiales de moldeo termoplásticos, que contienen
 - A) del 10 al 99,999 % en peso de una poliamida,
 - B) del 0,001 al 20 % en peso de polvo de hierro con un tamaño de partícula de como máximo 10 μm (valor d_{50}), que puede obtenerse mediante descomposición térmica de pentacarbonilhierro y presenta una superficie BET específica de 0,1 a 5 m^2/g de acuerdo con la norma DIN ISO 9277,
 - C) del 0 al 70 % en peso de otros aditivos,dando como resultado la suma de los porcentajes en peso de los componentes A) a C) el 100 %.
2. Materiales de moldeo termoplásticos de acuerdo con la reivindicación 1, en los que el componente B) presenta un valor d_{10} de 1 a 5 μm .
3. Materiales de moldeo termoplásticos de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en los que el componente B) presenta un valor d_{90} de 3 a 35 μm .
4. Materiales de moldeo termoplásticos de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, en los que el componente B) presenta un contenido en C de 0,05 a 1,2 g/100 g (de acuerdo con ASTM E1019).
5. Materiales de moldeo termoplásticos de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, en los que el componente B) presenta una densidad aparente de 2,5 a 5 g/cm^3 .
6. Materiales de moldeo termoplásticos de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, en los que el componente B) está recubierto con fosfato de hierro, fosfuro de hierro o SiO_2 , en la superficie de las partículas.
7. Uso de los materiales de moldeo termoplásticos de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6 para la fabricación de fibras, láminas y cuerpos moldeados.
8. Uso de los materiales de moldeo termoplásticos de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6 para la fabricación de cuerpos moldeados mediante soldadura por vibración o soldadura con láser.
9. Fibras, láminas y cuerpos moldeados que pueden obtenerse a partir de los materiales de moldeo termoplásticos de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6.