

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 557 006**

51 Int. Cl.:

**D01F 1/10** (2006.01)

**D01F 6/60** (2006.01)

**A46D 1/00** (2006.01)

**B08B 1/00** (2006.01)

**D01D 1/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.11.2012 E 12791366 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.11.2015 EP 2785900**

54 Título: **Filamentos abrasivos con rigidez mejorada y cepillos industriales que comprenden los mismos y sus usos**

30 Prioridad:

**29.11.2011 CN 201110386805**

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

**21.01.2016**

73 Titular/es:

**E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY (50.0%)  
1007 Market Street  
Wilmington, DE 19898, US y  
DUPONT XINGDA FILAMENTS COMPANY LIMITED (50.0%)**

72 Inventor/es:

**LIU, XIANQIAO y  
YU, HAIFENG**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 557 006 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**

Filamentos abrasivos con rigidez mejorada y cepillos industriales que comprenden los mismos y sus usos

**Campo de la descripción**

5 La presente invención se refiere a filamentos abrasivos con rigidez mejorada, cepillos industriales que comprenden los filamentos abrasivos, y los usos de los cepillos industriales.

**Antecedentes**

10 Los filamentos abrasivos hechos de poliamidas rellenas de partículas abrasivas se desarrollaron a finales de los años 50 como una alternativa sintética a los filamentos abrasivos naturales. Por ese tiempo se desarrolló un procedimiento de extrusión para dispersar partículas abrasivas uniformemente en una matriz de poliamida en forma de un filamento (Patentes de EE.UU. Nos. 3.522.342 y 3.947.169). Algunas de las ventajas de los filamentos abrasivos de poliamida son su seguridad, limpieza, velocidad de corte, bajo coste, superior radio y control de acabado, adaptabilidad, y facilidad de diseño.

15 Una celda solar (también llamada celda fotovoltaica o celda fotoeléctrica) es un dispositivo eléctrico de estado sólido que convierte la energía de la luz directamente en electricidad mediante el efecto fotovoltaico. En las celdas solares basadas en silicio cristalino, las obleas de silicio se preparan cortando con sierra de alambre lingotes de silicio fundidos en bloque en forma de rodajas u obleas muy finas (de 180 a 350  $\mu\text{m}$ ). Un procedimiento típico de fabricación de obleas de silicio incluye a menudo estirar un lingote de silicio cristalino; abradir el lingote; serrar los extremos del lingote; y serrar el lingote en forma de obleas. En ciertos procedimientos, el lingote se pule adicionalmente usando cepillos industriales después de que los extremos del lingote se sierran. Actualmente, se usan a menudo cepillos industriales basados en poliamida en el pulido del lingote. Sin embargo, se encuentra que los cepillos industriales basados en poliamida, debido a la blandura relativa de los filamentos, a menudo provocan redondeo en el extremo en los dos extremos longitudinales del lingote y por lo tanto reducen la velocidad de producción de obleas de silicio. De este modo, aún se necesita desarrollar filamentos abrasivos basados en poliamida con rigidez mejorada y por lo tanto incrementar la velocidad de producción de obleas de silicio.

25 Se han usado varios aditivos de extensión de la cadena en la técnica anterior para mejorar la viscosidad relativa (RV) y otras propiedades de las poliamidas. Por ejemplo, la Patente de EE.UU. No. 7.005.097 describe una composición de poliamida en la formación de dispositivos médicos tales como catéteres o globos. También se describe que la adición del aditivo de extensión de la cadena basado en el compuesto de bis-lactama, compuesto de bis-oxazolina, o compuesto de bis-oxazina en la composición de poliamida mejora la RV de la composición y la resistencia de la pared del dispositivo médico hecho de la misma. Además, la solicitud de patente PCT No. WO2010033671 describe el uso de policarbodiimida en filamentos de cepillo basados en poliamida para mejorar su resistencia a la hidrólisis. Sin embargo, ninguna de estas referencias enseña que la adición de compuestos de extensión de cadena lineal puede mejorar el módulo de flexión o rigidez de las poliamidas.

**Sumario**

35 Uno de los propósitos de la presente descripción es proporcionar un filamento abrasivo con rigidez mejorada, en el que el filamento abrasivo está formado por una composición de poliamida mezclada en estado fundido, y en el que la composición de poliamida comprende: (a) por lo menos una poliamida; (b) 0,1-1% en peso de por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal que tiene un peso molecular de 1000 Dalton o más bajo; (c) 0,1-1% en peso de por lo menos un antioxidante; y (d) 10-40% en peso de partículas abrasivas, siendo el % en peso total de todos los componentes en la composición 100% en peso.

40 En una realización del filamento abrasivo, el por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal se selecciona del grupo que consiste en compuestos de bis-lactama, compuestos de bis-oxazolina, compuestos de bis-oxazina, y combinaciones de dos o más de ellos. En tales realizaciones, los compuestos de bis-lactama se seleccionan del grupo que consiste en N,N'-isofalcoil-bis-caprolactama; N,N'-adipoil-bis-caprolactama; N,N'-tereftaloil-bis-laurolactama; N,N'-isofalcoil-bis-butirolactama; carbonil-bis-caprolactama; y combinaciones de dos o más de los mismos, y los compuestos de bis-oxazolina y los compuestos de bis-oxazina se seleccionan del grupo que consiste en 2,2'-bis(2-oxazolina); 2,2-bis(4-metil-2-oxazolina); 2,2'-bis(4-fenil-2-oxazolina); 2,2'-bis(4-hexiloxazolina); 2,2'-p-fenileno-bis(2-oxazolina); 2,2'-m-fenileno-bis(2-oxazolina); 2,2'-(tetrametileno-bis(4,4'-dimetil-2-oxazolina)); las oxazinas correspondientes; y combinaciones de dos o más de ellos. O, el por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal es carbonil-bis-caprolactama.

45 En una realización adicional del filamento abrasivo, el por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal está presente en la composición de poliamida en un nivel de 0,2-0,7% en peso, basado en el peso total de la composición de poliamida.

50 En una realización adicional más del filamento abrasivo, el por lo menos un antioxidante se selecciona de fenoles estéricamente impedidos. O, el por lo menos un antioxidante se selecciona del grupo que consiste en tetrakis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato de pentaeritritol; 3,3',3',5,5',5'-hexa-terc-butil- $\alpha,\alpha',\alpha'$ -(mesitileno-2,4,6-triil)tri-p-

cresol; N,N'-hexano-1,6-diilbis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenilpropionamida)); octadecil-3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato; y combinaciones de dos o más de ellos. O, el por lo menos un antioxidante es N,N'-hexano-1,6-diilbis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenilpropionamida)).

5 En una realización adicional más del filamento abrasivo, el por lo menos un antioxidante está presente en la composición de poliamida en un nivel de 0,2-0,7% en peso, basado en el peso total de la composición de poliamida.

10 En una realización adicional más del filamento abrasivo, las partículas abrasivas se seleccionan del grupo que consiste en partículas abrasivas orgánicas, partículas abrasivas inorgánicas, y sus combinaciones. O, las partículas abrasivas se seleccionan del grupo que consiste en partículas basadas en óxidos de aluminio, alúmina alfa, carburos de silicio, diboruros de titanio, alúmina-zirconia, diamante, carburo de boro, ceria, silicatos de aluminio, nitruro de boro cúbico, granate, sílice, piedra pómez, arena, esmeril, mica, corindón, cuarzo, y combinaciones de dos o más de ellos.

En una realización adicional más del filamento abrasivo, la por lo menos una poliamida se selecciona de poliamidas alifáticas.

15 En una realización adicional más del filamento abrasivo, la por lo menos una poliamida se selecciona del grupo que consiste en poliamida 4,6; poliamida 6; poliamida 6,6; poliamida 6,10; poliamida 6,12; poliamida 6,13; poliamida 6,14; poliamida 6,15; poliamida 6,16; poliamida 9,10; poliamida 9,12; poliamida 9,13; poliamida 9,14; poliamida 9,15; poliamida 9,36; poliamida 10,10; poliamida 10,12; poliamida 10,13; poliamida 10,14; poliamida 11; poliamida 12; poliamida 12,10; poliamida 12,12; poliamida 12,13; poliamida 12,14; y combinaciones de dos o más de ellas, o la por lo menos una poliamida alifática se selecciona de poliamida 6,10; poliamida 6,12; y sus combinaciones.

20 En una realización adicional más del filamento abrasivo, la por lo menos una poliamida tiene una viscosidad relativa de 2,3-5, o 2,3-4, o 2,3-3,5.

En una realización adicional más del filamento abrasivo, la por lo menos una poliamida está presente en la composición de poliamida en un nivel de 60-90% en peso, o 60-80% en peso, o 60-75% en peso, basado en el peso total de la composición de poliamida.

25 En una realización adicional más del filamento abrasivo, el filamento abrasivo se prepara por un procedimiento continuo de hilado en masa fundida, y en la que el procedimiento comprende: (i) mezclar la por lo menos una poliamida, el por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal y el por lo menos un antioxidante en forma de una mezcla; (ii) hacer pasar la mezcla a través de un extrusor mientras que las partículas abrasivas se añaden al extrusor por medio de uno o más alimentadores secundarios; y (iii) hilar en masa fundida la composición que sale del extrusor en forma de filamentos.

30 En una realización adicional más del filamento abrasivo, el filamento abrasivo se prepara por un procedimiento continuo de hilado en masa fundida en de dos etapas, y en la que el procedimiento comprende: (i) mezclar en masa fundida la por lo menos una poliamida, el por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal y el por lo menos un antioxidante en forma de pelets de resina; (ii) hacer pasar los pelets de resina a través de un extrusor mientras que las partículas abrasivas se añaden al extrusor por medio de uno o más alimentadores secundarios; y (iii) hilar en masa fundida la composición que sale del extrusor en forma de filamentos.

Un propósito adicional de la presente descripción es proporcionar un cepillo industrial que comprende una pluralidad de los filamentos abrasivos descritos anteriormente.

40 Un propósito adicional más de la presente descripción es proporcionar el uso del cepillo industrial descrito anteriormente para abradir y/o pulir lingotes de silicio, piedra o partes metálicas.

Un propósito adicional más de la presente descripción es proporcionar el uso del cepillo industrial para abradir y/o pulir lingotes de silicio.

45 Según la presente descripción, cuando se da un intervalo con dos puntos finales en particular, se entiende que el intervalo incluye cualquier valor que está dentro de dos puntos finales en particular y cualquier valor que es igual o aproximadamente igual a cualquiera de los dos puntos finales.

### Descripción detallada

50 Se describen aquí filamentos abrasivos formados de una composición de poliamida mezclada en masa fundida, en los que la composición de poliamida comprende: (a) por lo menos una poliamida; (b) alrededor de 0,1-1% en peso de por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal que tiene un peso molecular de alrededor de 1.000 dalton o menos; (c) alrededor de 0,1-1% en peso de por lo menos un antioxidante, y (d) alrededor de 10-40% en peso de partículas abrasivas, siendo el % en peso total de todos los componentes en la composición 100%.

Las poliamidas son copolímeros de condensación formados haciendo reaccionar partes iguales de una o más diaminas y uno o más ácidos dicarboxílicos de modo que se forman amidas en ambos extremos de cada monómero en un procedimiento análogo a los biopolímeros de polipéptido. Se entiende que las poliamidas usadas aquí incluyen

también co-poliámidas, que son copolímeros formados polimerizando dos o más monómeros de poliamida o haciendo reaccionar partes iguales de dos o más diaminas y dos o más ácidos dicarboxílicos. Además, la por lo menos una poliamida comprendida en la composición de poliamida mezclada en masa fundida también puede ser una mezcla de dos o más poliamidas. Además, las poliamidas usadas aquí pueden tener una viscosidad relativa (RV) de alrededor de 2,3-5, o alrededor de 2,3-4, o alrededor de 2,3,3,5.

Preferentemente, las poliamidas usadas aquí son poliamidas alifáticas. La expresión "poliamida alifática" se usa para referirse a una poliamida que no contiene anillo aromático en su cadena molecular y es un producto de condensación de un ácido aminocarboxílico, una lactama, o una diamina y un ácido dicarboxílico.

Los ácidos aminocarboxílicos usados aquí pueden ser ácidos aminocarboxílicos que tienen de 6 a 12 átomos de carbono, que incluyen, pero no están limitados a, ácido 6-aminocaprónico, ácido 7-aminoheptanoico, ácido 9-aminononanoico, ácido 11-aminoundecanoico, ácido 12-aminododecanoico, y similares.

La lactama usada aquí puede ser lactamas que tienen de 4 a 12 átomos de carbono, que incluyen, pero no están limitadas a,  $\alpha$ -pirrolidona,  $\epsilon$ -caprolactama,  $\omega$ -laurolactama,  $\epsilon$ -enantolactama, y similares.

Las diaminas usadas aquí pueden ser diaminas alifáticas o alicíclicas, que incluyen, pero no están limitadas a, tetrametilendiamina; hexametilendiamina; 2-metilpentametilendiamina; nonametilendiamina; undecametilendiamina; dodeca-metilendiamina; 2,2,4-trimetilhexametilendiamina; 2,4,4-trimetilhexametilendiamina; 5-metilnonametilendiamina; 1,3-bis(aminometil)ciclohexano; 1,4-bis(aminometil)ciclohexano; 1-amino-3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexano; bis(4-aminociclohexil)metano; bis(3-metil-4-aminociclohexil)metano; 2,2-bis(4-aminociclohexil)propano; bis(aminopropil)piperazina; aminoetilpiperazina; bis(p-aminociclohexil)metano; 2-metiloctametilendiamina; trimetilhexametilendiamina; 1,8-diaminooctano; 1,9-diaminononano; 1,10-diaminododecano; 1,12-diaminododecano; m-xililendiamina; y similares.

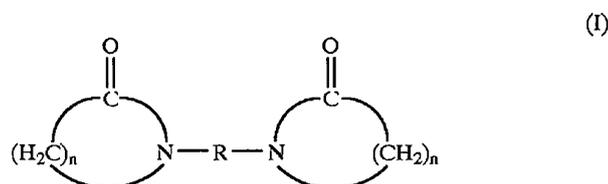
Los ácidos dicarboxílicos usados aquí pueden ser ácidos dicarboxílicos alifáticos o alicíclicos, que incluyen pero no están limitados a, ácido adípico; ácido glutárico; ácido pimélico; ácido subérico; ácido azelaico; ácido sebácico; ácido dodecanodioico; ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico; y similares.

Los ejemplos de poliamidas alifáticas preferidas incluyen, pero no están limitados a, poliamida 4,6; poliamida 6; poliamida 6,6; poliamida 6,10; poliamida 6,12; poliamida 6,13; poliamida 6,14; poliamida 6,15; poliamida 6,16; poliamida 9,10; poliamida 9,12; poliamida 9,13; poliamida 9,14; poliamida 9,15; poliamida 9,36; poliamida 10,10; poliamida 10,12; poliamida 10,13; poliamida 10,14; poliamida 11; poliamida 12; poliamida 12,10; poliamida 12,12; poliamida 12,13; poliamida 12,14; y combinaciones de dos o más de ellas. En una realización, la por lo menos una poliamida alifática comprendida en la resina de poliamida se selecciona de poliamida 6,10; poliamida 6,12; y sus combinaciones.

Según la presente descripción, la por lo menos una poliamida puede estar presente en la composición en un nivel de alrededor de 60-90% en peso, o alrededor de 60-80% en peso, o alrededor de 60-75% en peso.

Los compuestos de extensión de cadena lineal usados aquí son compuestos de bajo peso molecular ( $\leq 1000$  Dalton) que tienen grupos terminales bi-funcionales. Tales compuestos de extensión de cadena lineal son reactivos con los grupos terminales de poliamidas pero son esencialmente no reticulantes. El por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal usado aquí se puede seleccionar de compuestos de bis-lactama, compuestos de bis-oxazolona, compuestos de bis-oxazina, y combinaciones de dos o más de ellos.

Los compuestos de bis-lactama usados aquí se pueden representar por la siguiente fórmula general (I):



en la que uno o más de los átomos de hidrógeno del metileno puede estar alternativamente substituido por un radical alquilo o arilo; R representa un radical orgánico divalente; y n es un número entero de 2-15.

En una realización, el grupo R en la fórmula (I) puede tener una fórmula general (II):



en la que A es un grupo orgánico divalente. Apropiadamente A es un grupo hidrocarbonado de alrededor de 20 carbonos o menos o un grupo (poli)éter. Los grupos A ejemplares incluyen, sin limitación, grupos alquilo (por

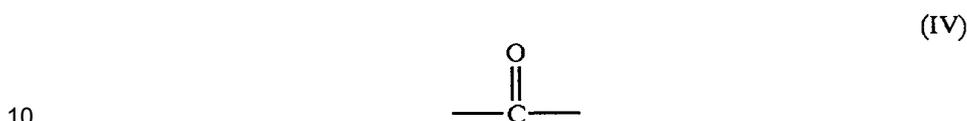
ejemplo, metileno; etileno, 1,2-propileno; 1,3-propileno; o hexametileno); grupos arileno (por ejemplo, fenileno; metilfenileno; naftileno; 4,4-bifenileno; un resto A de bisfenol; o un resto S de bisfenol); grupos alcarileno (por ejemplo, etilfenileno); y grupos hidrocarbonados interrumpidos por éter (por ejemplo, etilenooxietileno; (polietilenoxi)etileno; (polietilenoxi)propileno; o (polipropilenoxi)etileno).

- 5 En una realización adicional, el grupo R en la fórmula (I) puede tener una fórmula general (III):

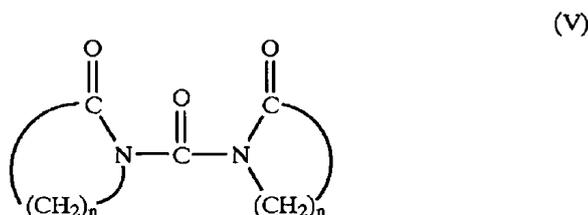


en la que B es  $\text{-NH-A-NH-}$ , siendo A como se define previamente.

En una realización adicional más, el grupo R en la fórmula (I) puede ser simplemente un grupo carbonilo con una fórmula general (IV):



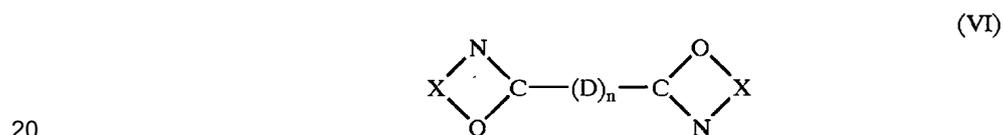
Los compuestos que emplean tales uniones carbonilo se designan como "carbonil-bis-lactamas". Los compuestos de carbonil-bis(lactama) pueden tener la fórmula general (V):



en la que n es un número entero de 3-15, o preferentemente un número entero de 5-12.

- 15 Los compuestos de bis-lactama útiles aquí incluyen los descritos en la Patente de EE.UU. No. 6.228.980; Solicitud de Patente PCT No. WO 96/34909; y la Patente Europea No. EP 0288253. Los ejemplos específicos incluyen, sin limitación, N,N'-isofaltoil-bis-caprolactama; N,N'-adipoil-bis-caprolactama; N,N'-bis-tereftaloil-lauroilactama; N,N'-isofaltoil-bisbutirolactama; carbonil-bis-caprolactama; y combinaciones de dos o más de ellos.

Los compuestos de bis-oxazolina y bis-oxazina usados aquí están ambos descritos por la fórmula (VI):



en la que X es un grupo hidrocarbonado divalente y el anillo es un anillo de 5 miembros para la bis-oxazolina o un anillo de 6 miembros para la bis-oxazina, respectivamente; n = 0 o 1; y D es un grupo orgánico divalente. Y X puede ser un grupo etileno, un grupo etileno sustituido, un grupo trimetileno, o trimetileno sustituido. Como sustituyente, puede estar presente, por ejemplo, un grupo alquilo con 1 a 10 átomos de carbono, un grupo arilo, un grupo cicloalquilo, o un grupo aralquilo. Los grupo alquilo ejemplares incluyen, sin limitación, grupos metilo, etilo, hexilo, alquilhexilo, y nonilo; los grupos arilo ejemplares incluyen, sin limitación, grupos fenilo, naftilo, y difenilo; y los grupos cicloalquilo ejemplares incluyen, sin limitación, ciclohexilo. D puede ser apropiadamente un grupo hidrocarbonado, por ejemplo, un grupo alquileno, un grupo arileno, un grupo cicloalquileno, o un grupo aralquileno.

25

- 30 Los ejemplos de bis-oxazolinas y bis-oxazinas incluyen, sin limitación, 2,2-bis(2-oxazolina); 2,2-bis(4-metil-2-oxazolina); 2,2'-bis(4-fenil-2-oxazolina); 2,2'-bis(4-hexiloxazolina); 2,2'-p-fenileno-bis(2-oxazolina); 2,2'-p-fenileno-bis(2-oxazolina); 2,2'-bis(tetrametileno-4,4'-dimetil-2-oxazolina); y la oxazinas correspondientes. Se da preferencia a 2,2'-bis(2-oxazolina); 2,2'-p-fenileno-bis(2-oxazolina) (1,4-PBO); 2,2'-m-fenileno-bis(2-oxazolina) (1,3-PBO); y las oxazinas correspondientes.

- 35 Los compuestos de extensión de cadena lineal usados aquí también se pueden obtener comercialmente de varios vendedores, que incluyen, sin limitación, carbonil-biscaprolactama (CBC) disponible de DSM (Países Bajos) con el nombre comercial ALLINCO™; 1,4-fenileno-bisoxazolina (1,4-PBO) disponible de DSM con el nombre comercial ALLINCO™; y 2,2'-m-fenileno-bis(2-oxazolina) (1,3-PBO) disponible de Takeda Chemical Industries (Japón) o de Mikuni Pharmaceutical Industrial Co., LTD. (Japón).

Según la presente descripción, el por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal puede estar presente en la composición de poliamida en un nivel de alrededor de 0,1-1% en peso o de alrededor de 0,2-0,7% en peso.

El procedimiento de incorporación de los compuestos de extensión de cadena lineal se puede llevar a cabo de una manera sencilla usando las técnicas y equipo usuales de mezcla en masa fundida en extrusor, por ejemplo, mezclando el polímero terminalmente reactivo y el alargador de la cadena en un estado sólido. En algunos casos, una pequeña cantidad (preferentemente no más de alrededor de 0,2%) de una ayuda de proceso aceitosa se puede añadir a la mezcla seca para mejorar la uniformidad de la distribución del alargador de la cadena en la mezcla seca. La mezcla seca obtenida de este modo, se funde entonces en un aparato de mezcla en masa fundida convencional, por ejemplo, un extrusor de un solo tornillo o de doble tornillo. Alternativamente, la composición polimérica se puede preparar en otro tipo de mezclador de masa fundida y a continuación subsecuentemente suministrar al extrusor directamente desde el mezclador de masa fundida inicial. Los diferentes componentes también se pueden alimentar al extrusor u otro aparato de mezcla por separado. Los alargadores de la cadena, en cualquier forma, se pueden alimentar a un extrusor separadamente de la resina polimérica mediante equipos de alimentación continua.

Cualquier tipo apropiado de antioxidante se puede usar aquí. Preferentemente, los antioxidantes usados aquí son fenoles estéricamente impedidos. Por ejemplo, los antioxidantes usados aquí se pueden seleccionar de tetrakis(3-(3,5-diterc-butil-4-hidroxifenil)propionato de pentaeritrol (CAS No. 6683-19-8, disponible de BASF (Alemania) con el nombre comercial Irganox™ 1010); 3,3',3',5,5',5'-hexa-terc-butil- $\alpha,\alpha'$ -(mesitileno-2,4,6-triil)trip-cresol (CAS No. 1.709 -70-2, disponible de BASF con el nombre comercial Irganox™ 1330); N,N'-hexano-1,6-diilbis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionamida)) (CAS No. 23128-74-7, disponible de BASF con el nombre comercial Irganox™ 1098); octadecil-3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato (Nº CAS 2082-79-3, disponible de BASF con el nombre comercial Irganox™ 1076); y combinaciones de dos o más de ellos.

Según la presente descripción, el por lo menos un antioxidante puede estar presente en la composición de poliamida en un nivel de alrededor de 0,1-1% en peso o de alrededor de 0,2-0,7% en peso.

Las partículas abrasivas usadas aquí pueden ser orgánicas o inorgánicas y pueden tener un tamaño de partícula de alrededor de 0,1-1500  $\mu\text{m}$ , o de alrededor de 1-1.000  $\mu\text{m}$ , o de alrededor de 50-500  $\mu\text{m}$ .

Las partículas abrasivas inorgánicas ejemplares que son útiles aquí incluyen, sin limitación, óxidos de aluminio (por ejemplo, óxidos de aluminio fundidos u óxidos de aluminio tratados térmicamente), alfa-alúmina, carburos de silicio, diboruros de titanio, alúmina-zirconia, diamante, carburo de boro, ceria, silicatos de aluminio, nitruro de boro cúbico, granate, sílice, piedra pómez, arena, esmeril, mica, corindón, cuarzo, y combinaciones de dos o más de ellos. Las partículas de óxido de aluminio fundido ejemplares incluyen las disponibles comercialmente de Exolon ESK Company (EE.UU.) o Washington Mills Electro Minerals Corp. (EE.UU.). Las partículas de óxido de aluminio cerámico apropiadas incluyen las descritos en las patentes de EE.UU. Nos. 4.314.827; 4.623.364; 4.744.802; 4.770.671; 4.881.951; 4.964.883; 5.011.508; y 5.164.348. Las partículas cerámicas basadas en alfa-alúmina apropiadas que comprenden alfa-alúmina y óxido de tierra rara incluyen las disponibles comercialmente de 3M Company (EE.UU.) con el nombre comercial Cubitron™ 321. También son apropiadas aquí las partículas abrasivas conformadas, tales como las descritas en las patentes de EE.UU. Nos. 5.009.676; 5.185.012; 5.244.477; y 5.372.620. Otros ejemplos de partículas útiles aquí incluyen esferas de vidrio compactas, esferas de vidrio huecas, carbonato de calcio, burbujas poliméricas, silicatos, aluminio trihidrato y mullita.

Tal como se usa aquí, la expresión partícula abrasiva también abarca partículas abrasivas individuales que están unidas conjuntamente para formar un aglomerado abrasivo. Los aglomerados abrasivos se describen adicionalmente en las patentes de EE.UU. Nos. 4.311.489; 4.652.275; y 4.799.939. Las partículas abrasivas usadas aquí pueden contener también un revestimiento superficial. Se sabe que los revestimientos superficiales mejoran la adhesión entre las partículas abrasivas y el aglomerante. Los revestimientos superficiales apropiados se describen en, por ejemplo, las Patentes de EE.UU. Nos. 5.011.508; 1.910.444; 3.041.156; 5.009.675; 4.997.461; 5.213.591; y 5.042.991. En algunos casos, la adición del revestimiento mejora las características de abrasión y/o procesado de las partículas abrasivas.

Las partículas abrasivas orgánicas útiles en esta invención incluyen las formadas a partir de un polímero termoplástico y/o un polímero termoendurecible. Las partículas abrasivas orgánicas útiles aquí pueden ser partículas individuales o aglomerados de partículas individuales. Los aglomerados pueden comprender una pluralidad de las partículas abrasivas orgánicas unidas entre sí por un aglomerante para formar una masa conformada.

Las partículas abrasivas orgánicas usadas aquí pueden tener cualquier forma precisa o pueden estar conformadas irregularmente o al azar. Los ejemplos de tales formas tridimensionales incluyen, sin limitación, pirámides, cilindros, conos, esferas, bloques, cubos, polígonos, y similares. Alternativamente, las partículas abrasivas orgánicas pueden ser relativamente planas y tener una forma de corte transversal tal como un rombo, cruz, círculo, triángulo, rectángulo, cuadrado, óvalo, octágono, pentágono, hexágono, polígono y similares.

La superficie de las partículas abrasivas orgánicas (una porción de su superficie, o toda la superficie) se puede tratar con agentes de copulación para mejorar la adhesión y/o dispersabilidad en la matriz termoplástica fundida. No se requiere que las partículas abrasivas orgánicas estén dispersas uniformemente en la composición endurecida, pero

una dispersión uniforme puede proporcionar características de abrasión más consistente.

Las partículas abrasivas orgánicas se pueden formar a partir de un material termoplástico tal como policarbonato, polieterimida, poliéster, poli(cloruro de vinilo), metacrilato, metacrilato de metilo, polietileno, polisulfona, poliestireno, copolímero de bloques de acrilonitrilo-butadieno-estireno, polipropileno, polímeros de acetal, poliuretanos, poliamida, y sus combinaciones. En general, el material termoplástico preferido usado aquí como partículas abrasivas orgánicas es el que tiene una alta temperatura de fusión, por ejemplo, mayor de 200°C o 300°C; o buenas propiedades de resistencia térmica. Por otra parte, las partículas orgánicas abrasivas necesitan tener un punto de fusión o reblandecimiento más alto que el de la matriz termoplástica, de manera que las partículas abrasivas orgánicas no se vean afectadas sustancialmente por el procedimiento de fabricación del filamento. La partícula abrasiva orgánica debe ser capaz de mantener un estado generalmente en partículas durante el procesado del filamento o del segmento de cepillo, y por lo tanto, se deben seleccionar para que no se fundan o ablanden sustancialmente durante el procedimiento de fabricación del filamento. En una realización preferida, se seleccionan las partículas orgánicas para proporcionar mayores propiedades abrasivas que la matriz termoplástica, si está presente. De este modo, las partículas abrasivas orgánicas realizarán el deseado refinamiento de la superficie, tal como retirar material extraño de la pieza de trabajo o la proporcionar un acabado superficial fino, mientras que la matriz termoplástica se desgasta durante la operación presentando continuamente partículas abrasivas orgánicas nuevas a la superficie de la pieza de trabajo.

Hay varias maneras de formar una partícula abrasiva termoplástica. Uno de tales métodos es extruir el polímero termoplástico en forma de segmentos alargados y a continuación cortar estos segmentos a la longitud deseada. Alternativamente, el material termoplástico se puede moldear con la forma y el tamaño de partícula deseado. Este procedimiento de moldeo puede ser moldeo por compresión o moldeo por inyección.

Las partículas abrasivas orgánicas se pueden formar a partir de un polímero termoendurecible. Los polímeros termoendurecibles se pueden seleccionar de resinas fenólicas, resinas aminoplásticas, resinas de uretano, resinas epoxi, resinas de acrilato, resinas de isocianurato acrilado, resinas de urea-formaldehído, resinas de isocianurato, resinas de uretano acrilado, resinas de melamina formaldehído, resinas epoxi acriladas, y combinaciones de dos o más de ellas.

Las partículas abrasivas orgánicas usadas aquí también se pueden formar a partir de una mezcla de un polímero termoplástico y un polímero termoendurecible.

También según la presente descripción, las partículas abrasivas comprendidas en la composición pueden ser una mezcla de partículas abrasivas inorgánicas y orgánicas.

Según la presente descripción, las partículas abrasivas pueden estar presentes en la composición en un nivel de alrededor de 10-40% en peso, o alrededor de 20-40% en peso, o alrededor de 25-40% en peso.

Los filamentos abrasivos descritos aquí se pueden preparar por cualquier procedimiento apropiado, tal como procedimientos de hilado en masa fundida. Por ejemplo, los filamentos abrasivos se pueden preparar mediante un procedimiento continuo de hilado en masa fundida, en el que todos los componentes de la composición de poliamida sin las partículas abrasivas descritas aquí se mezclan conjuntamente y a continuación la mezcla se pasa a través de un extrusor (por ejemplo, un extrusor de doble tornillo) con las partículas abrasivas que se añaden al extrusor por medio de un alimentador secundario y se hila en masa fundida en forma de filamentos. O, los filamentos abrasivos se pueden preparar por un procedimiento de hilado en masa fundida de dos etapas, en el que todos los componentes de la composición de poliamida sin las partículas abrasivas se mezclan en masa fundida primero en forma de pelets de resina, y a continuación los pelets de resina se pasan a través de un extrusor (por ejemplo, un extrusor de doble tornillo), siendo añadidas las partículas abrasivas al extrusor por medio de un alimentador secundario, e hilar en masa fundida en forma de filamentos.

Como se demostró por los ejemplos siguientes, antes de añadir las partículas abrasivas, la poliamida base (por ejemplo, poliamida 6,10) tiene un módulo relativamente bajo de flexión (por ejemplo, 1.548,8 MPa) (CE1). Sin embargo, con la adición del compuesto de extensión de cadena lineal, junto con el antioxidante, el módulo de flexión de la composición de poliamida base está muy mejorado (una mejora de alrededor del 25%, véase E1). Sin embargo, añadiendo aditivo de extensión de cadena ramificada (tal como policarbodiimida), la densidad de la composición de poliamida base se vuelve demasiado baja para ser procesable y utilizable en la práctica (véase CE2).

Se describen además aquí cepillos industriales que comprenden los filamentos abrasivos descritos aquí anteriormente. Los cepillos industriales descritos aquí se pueden usar para la abrasión y/o pulido de lingote de silicio, piedra, o partes metálicas. En una realización, los cepillos industriales descritos aquí se usan para pulir lingote de silicio. Cuando se usan para pulir lingotes de silicio, los cepillos industriales que comprenden los filamentos abrasivos de la técnica anterior a menudo provocan un severo redondeo del extremo en el extremo longitudinal final de los lingotes y por lo tanto disminuye la velocidad de producción de obleas de silicio. Sin embargo, debido al mejorado módulo de flexión o rigidez de la composición de poliamida base que se usa en los filamentos abrasivos descritos aquí, el efecto de redondeo del extremo se podría reducir y por lo tanto se podría

mejorar la velocidad de producción de obleas de silicio.

### Ejemplos

Material:

- 5 • PA610-1: una poliamida 6,10 con una viscosidad relativa (RV) de 2,73 y obtenida de DuPont-Xingda Filaments Co. Ltd. (China) con el nombre comercial Herox®;
- PA610-2: una poliamida 6,10 que tiene una RV de 2,35 y obtenida de DuPont-Xingda Filaments Co. Ltd. (China) con el nombre comercial Herox®;
- PA612: una poliamida 6,12 que tiene una RV de 2,5 y obtenida de I.E. du Pont de Nemours and Company (EE.UU.) (de aquí en adelante "DuPont") con el nombre comercial Zytel®;
- 10 • AO: un antioxidante (N,N'-hexano-1,6-diilbis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenilpropionamida))) obtenido de BASF (Alemania) con el nombre comercial Irganox®1098;
- LCEC: un compuesto de extensión de cadena lineal (N,N'-carbonil-biscaprolactama) obtenido de DSM (Holanda) con el nombre comercial ALLINCO™;
- 15 • BCEA: un aditivo de extensión de cadena ramificado (policarbodiimida) obtenido de Rhein Chemie (Alemania) con el nombre comercial Stabaxol™ P400;
- AP (partículas abrasivas): granos de carburo de silicio de Jiangyan Dongyin Grinding Materials and Tools Co. Ltd. (China).

Métodos de ensayo:

- 20 • La RV (viscosidad relativa) se midió usando un viscosímetro ViscoSystem™ AVS 370 comprado en SI Analytics GmbH (Alemania), en el que las muestras ensayadas se disolvieron en una disolución de ácido sulfúrico al 98%;
- La MT (temperatura de fusión) se midió usando un calorímetro diferencial de barrido Q100 (DSC) (comprado en Texas Instruments (EE.UU.)) con la rampa de temperatura de 40°C a 280°C a una velocidad de 10°C/min;
- La tracción (resistencia a la tracción en la rotura) se midió según la norma ISO 527-2;
- La EAB (elongación en la rotura) se midió según la norma ISO 527-2;
- 25 • El FM (módulo de flexión) se midió según la norma ISO 178;
- La Izod (resistencia al impacto Izod) se midió según la norma ISO 180;
- La densidad se midió usando un densímetro electrónico SD-200L (comprado en Alfa Mirage Co. Ltd. (Japón)).

Ejemplos comparativos CE1-CE6 y Ejemplo E1:

- 30 Todos los componentes contenidos en cada una de las composiciones de poliamida en los Ejemplos E1 y los Ejemplos Comparativos CE1-CE6 y las cantidades presentes se listan en la Tabla 1 a continuación. En primer lugar, en cada uno de los CE2-E6 y E1, los pelets de resina que comprenden todos los componentes excepto las partículas abrasivas se prepararon por extrusión usando un extrusor ZSK-30 de doble tornillo (comprado en Coperion Werner & Pfeleiderer GmbH & Co. (Alemania)) con la temperatura del extrusor fijada en 240-280°C, la velocidad de extrusión a 300 rpm, y el rendimiento a 30 lb/h. Se determinó la RV para cada uno de los pelets de resina usados en CE2-CE6 y E1 y de los pelets de PA610-1 usados en CE1 y los resultados se tabulan en la Tabla 1. A continuación, los pelets de resina usados en CE2-CE6 y E1 y los pelets de PA610-1 usados en CE1 se moldearon cada uno en forma de muestras de ensayo y su resistencia de tracción en la rotura, elongación en la rotura, módulo de flexión y resistencia al impacto Izod del mismo se determinaron y tabularon en la Tabla 1. Las muestras de ensayo usadas en estas medidas se moldearon usando una máquina de moldeo por inyección de 180 ton comprada en Sumitomo Plastic Machinery (Japón) con una temperatura de moldeo establecida a aproximadamente 250-260°C.
- 35
- 40

- Finalmente, los pelets de resina en cada uno de CE1-CE6 y E1, junto con 30% en peso de partículas abrasivas, se alimentaron a una línea de hilado por extrusión de doble tornillo para formar filamentos. Los pelets de resina se alimentaron a través del alimentador principal, mientras que las partículas abrasivas se alimentaron a través de una alimentación secundaria del extrusor y la temperatura del extrusor se estableció en 240°-280°C. La densidad de los filamentos se determinó a continuación, y los resultados se tabulan en la Tabla 1.
- 45

Como se muestra aquí, antes de añadir partículas abrasivas, el PA610-1 tiene un módulo de flexión relativamente bajo (por ejemplo, 1548,8 MPa) (CE1). Sin embargo, con la adición del compuesto de extensión de cadena lineal, junto con antioxidante, el módulo de flexión de la composición de poliamida base se mejora en gran medida (una

## ES 2 557 006 T3

mejora de alrededor de 25%, véase E1). Sin embargo, añadiendo aditivo de extensión de cadena ramificado, la densidad de la composición de poliamida base se vuelve demasiado baja para ser procesable y utilizable en la práctica (véase CE2)

Tabla 1

	CE1	CE2	CE3	CE4	CE5	CE6	E1
Composición							
PA610-1 (% en peso)	70	69,3	69,44	69,72	69,58	69,44	69,44
AO (% en peso)	-	-	0,56	0,28	-	-	0,28
LCEC (% en peso)	-	-	-	-	0,42	0,56	0,28
BCEA (% en peso)	-	0,7	-	-	-	-	-
AP (% en peso)	30	30	30	30	30	30	30
Propiedad							
RV	2,73	ND	2,95	3,02	3,14	3,19	3,08
<sup>1</sup> MT (°C)	219,8	ND	221,1	221,1	221,3	221,4	221,8
<sup>1</sup> Tracción (MPa)	2006,02	ND	2312	2291,2	2352,4	2352,1	2324,5
<sup>1</sup> EAB (%)	158,34	ND	45,54	39,2	54,3	51,44	55,8
<sup>1</sup> FM (MPa)	1548,8	ND	1830	1836,5	1920,3	1766,9	1937,6
<sup>1</sup> Izod (KJ/m <sup>2</sup> )	5,26	ND	5,18	4,97	4,63	5,24	4,87
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	1,33	0,98	1,24	1,19	1,24	1,25	1,22
Notas: <sup>1</sup> Las medidas de RV, MT, Tracción, EAB, FM e Izod se obtuvieron usando las composiciones sin AP.							

5 Ejemplos Comparativos CE7-CE8 y Ejemplos E2-E4:

De manera similar a E1 y CE2-CE6, se prepararon los pelets de resina de poliamida usados en E2-E4 y CE7-CE8. Se determinó la RV para cada uno de los pelets de resina usados en E2-E4 y CE7-CE8 y los resultados se tabulan en la Tabla 2. A continuación, los pelets de resina usados en E2-E4 y CE7-CE8 se moldearon en forma de muestras de ensayo (como se describe anteriormente) y su resistencia a la tracción en la rotura, alargamiento en la rotura, módulo de flexión y resistencia al impacto Izod se determinaron y tabularon en la Tabla 2.

10

De nuevo, como se demuestra aquí, añadiendo compuesto de extensión de cadena lineal y antioxidante simultáneamente en PA612, el módulo de flexión, por lo tanto (E2) se mejora en comparación con el de las composiciones de PA612 que contienen el antioxidante (CE7) solo o el de la composición de PA612 que contiene el compuesto de extensión de cadena lineal solo (CE8).

15

Tabla 2

	CE7	CE8	E2	E3	E4
Composición					
PA612 (% en peso)	99,6	99,6	99,2	49,6	-
AO (% en peso)	0,4	-	0,4	0,4	0,6
LCEC (% en peso)	-	0,4	0,4	0,4	0,6
PA610-2 (% en peso)	-	-	-	49,6	98,8
Propiedad					
RV	2,69	2,86	2,79	2,63	2,51
MT (°C)	214,4	215,4	214,9	222,1	223,9
Tracción (MPa)	2209,5	2261,8	2200,5	1866,3	2081
EAB (%)	137,9	146,9	195,8	319,7	160,9
FM (MPa)	2131,0	2045,9	2151,2	1681,9	1911,4
Izod (KJ/m <sup>2</sup> )	5,47	5,43	5,50	6,29	5,59

## REIVINDICACIONES

1. Un filamento abrasivo formado de una composición de poliamida mezclada en masa fundida, en el que la composición de poliamida comprende:
- (i) por lo menos una poliamida;
  - (ii) 0,1-1% en peso de por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal que tiene un peso molecular de 1000 Dalton o menor;
  - (iii) 0,1-1% en peso de por lo menos un antioxidante; y
  - (iv) 10-40% en peso de partículas abrasivas,
- siendo el % en peso total de todos los componentes en la composición 100% en peso.
2. El filamento abrasivo de la reivindicación 1, en el que el por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal se selecciona del grupo que consiste en compuestos de bis-lactama, compuestos de bis-oxazolina, compuestos de bis-oxazina, y combinaciones de dos o más de ellos, o preferentemente, los compuestos de bis-lactama se seleccionan del grupo que consiste en N,N'-isofalatoil-bis-caprolactama; N,N'-adipoil-bis-caprolactama; N,N'-tereftaloil-bis-lauroil-lactama; N,N'-isofalatoil-bis-butiroil-lactama; carbonil-bis-caprolactama; y combinaciones de dos o más de ellos, y los compuestos de bis-oxazolina y compuestos de bis-oxazina se seleccionan del grupo que consiste en 2,2'-bis(2-oxazolina); 2,2-bis(4-metil-2-oxazolina); 2,2'-bis(4-fenil-2-oxazolina); 2,2'-bis(4-hexiloxazolina); 2,2'-p-fenileno-bis(2-oxazolina); 2,2'-m-fenileno-bis(2-oxazolina); 2,2'-tetrametileno-bis(4,4'-dimetil-2-oxazolina); las oxazinas correspondientes; y combinaciones de dos o más de ellas, o más preferentemente, el por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal es carbonil-bis-caprolactama.
3. El filamento abrasivo de la reivindicación 1 o 2, en el que el por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal está presente en la composición de poliamida en un nivel de 0,2-0,7% en peso, basado en el peso total de la composición de poliamida.
4. El filamento abrasivo de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el por lo menos un antioxidante se selecciona de fenoles estéricamente impedidos, o preferentemente, el por lo menos un antioxidante se selecciona del grupo que consiste en tetrakis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato de pentaeritritol; 3,3',3',5,5',5'-hexa-terc-butil- $\alpha,\alpha',\alpha'$ -(mesitileno-2,4,6-triil)tri-p-cresol; N,N'-hexano-1,6-diilbis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionamida)); octadecil-3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato; y combinaciones de dos o más de ellos, o más preferentemente, el por lo menos un antioxidante es N,N'-hexano-1,6-diilbis(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionamida)).
5. El filamento abrasivo de cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que el por lo menos un antioxidante está presente en la composición de poliamida en un nivel de 0,2-0,7% en peso, basado en el peso total de la composición de poliamida.
6. El filamento abrasivo de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que las partículas abrasivas se seleccionan del grupo que consiste en partículas abrasivas orgánicas, partículas abrasivas inorgánicas, y sus combinaciones, o preferentemente, las partículas abrasivas se seleccionan del grupo que consiste en partículas basadas en óxidos de aluminio, alfa-alúmina, carburos de silicio, diboruros de titanio, alúmina-zirconia, diamante, carburo de boro, ceria, silicatos de aluminio, nitruro de boro cúbico, granate, sílice, piedra pómez, arena, esmeril, mica, corindón, cuarzo, y combinaciones de dos o más de ellos.
7. El filamento abrasivo de cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que la por lo menos una poliamida se selecciona de poliamidas alifáticas, o preferentemente, la por lo menos una poliamida se selecciona del grupo que consiste en poliamida 4,6; poliamida 6; poliamida 6,6; poliamida 6,10; poliamida 6,12; poliamida 6,13; poliamida 6,14; poliamida 6,15; poliamida 6,16; poliamida 9,10; poliamida 9,12; poliamida 9,13; poliamida 9,14; poliamida 9,15; poliamida 9,36; poliamida 10,10; poliamida 10,12; poliamida 10,13; poliamida 10,14; poliamida 11; poliamida 12; poliamida 12,10; poliamida 12,12; poliamida 12,13; poliamida 12,14; y combinaciones de dos o más de ellas, o más preferentemente, la por lo menos una poliamida alifática se selecciona de poliamida 6,10; poliamida 6,12; y sus combinaciones.
8. Los filamentos abrasivos de cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en los que la por lo menos una poliamida tiene una viscosidad relativa de 2,3-5, o preferentemente 2,3-4, o más preferentemente 2,3-3,5.
9. El filamento abrasivo de cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el que la por lo menos una poliamida está presente en la composición de poliamida en un nivel de 60-90% en peso, o preferentemente 60-80% en peso, o más preferentemente 60-75% en peso, basado en el peso total de la composición de poliamida.
10. El filamento abrasivo de cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en el que el filamento abrasivo se prepara por un procedimiento continuo de hilado en masa fundida, y en el que el procedimiento comprende:

- (i) mezclar la por lo menos una poliamida, el por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal, y el por lo menos un antioxidante en una mezcla;
  - (ii) hacer pasar la mezcla a través de un extrusor mientras las partículas abrasivas se añaden al extrusor por medio de uno o más alimentadores secundarios; y
- 5 (iii) hilar en masa fundida la composición que sale del extrusor en forma de filamentos.
11. El filamento abrasivo de cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en el que el filamento abrasivo se prepara por un procedimiento de hilado en masa fundida de dos etapas, y en el que el procedimiento comprende:
- (i) mezclar en masa fundida la por lo menos una poliamida, el por lo menos un compuesto de extensión de cadena lineal, y el por lo menos un antioxidante en forma de pelets de resina;
- 10 (ii) hacer pasar los pelets de resina a través de un extrusor mientras se añaden las partículas abrasivas al extrusor por medio de uno o más alimentadores secundarios; y
- (iii) hilar en masa fundida la composición que sale del extrusor en forma de filamentos.
12. Un cepillo industrial que comprende una pluralidad de los filamentos abrasivos de cualquiera de las reivindicaciones 1-9.
- 15 13. El uso del cepillo industrial de la reivindicación 12 en la abrasión y/o pulido de lingotes de silicio, piedra, o partes metálicas, o preferentemente el uso en la abrasión y/o pulido de lingotes de silicio.