

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 601 147**

51 Int. Cl.:

C08G 18/80 (2006.01)

C08G 18/62 (2006.01)

C08J 5/08 (2006.01)

C08K 9/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.12.2004 PCT/US2004/041731**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.07.2005 WO05066237**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.12.2004 E 04813974 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.09.2016 EP 1713848**

54 Título: **Composición de apresto y resina termoplástica reforzada con fibra de vidrio**

30 Prioridad:

19.12.2003 US 741273

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

14.02.2017

73 Titular/es:

**PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (100.0%)
3800 WEST 143RD STREET
CLEVELAND, OH 44111, US**

72 Inventor/es:

**BEERDA, HENRI;
BOELMAN, RONALD;
DIJT, JACOB CORNELIS;
VAN DE HEISTEEG, BERTHO y
TABAK, JOHANNES LEONARDUS**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 601 147 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

Composición de apresto y resina termoplástica reforzada con fibra de vidrio

5 La presente invención se dirige a composiciones de apresto y resinas termoplásticas reforzadas con fibra de vidrio.

Antecedentes

10 Normalmente las fibras de vidrio se tratan después de su formación con una composición de apresto que puede impartir las propiedades deseadas. Como se usa en el presente documento las expresiones "apresto", "encolado", "de apresto" y "composición de apresto" significan una composición de recubrimiento que puede aplicarse a las fibras de vidrio tras la formación de las fibras. Después de su formación y tratamiento, las fibras de vidrio encoladas pueden agruparse en haces o hebras que comprenden una pluralidad de fibras individuales. Las hebras pueden enrollarse en una bobina o "formando un paquete". Los paquetes que se forman pueden secarse para retirar la
15 humedad de las fibras.

Una composición de apresto puede cumplir varias funciones. Puede funcionar como un agente lubricante y de unión y puede proteger a las fibras de la abrasión entre sí.

20 Una composición de apresto también puede mejorar el rendimiento de las fibras durante el procesamiento adicional tal como cuando se usan para reforzar las resinas termoplásticas. Por ejemplo, las resinas termoplásticas pueden reforzarse con fibras de vidrio encoladas para reforzar y endurecer el material del compuesto resultante. El apresto en las fibras de vidrio puede mejorar la compatibilidad entre la superficie inorgánica de las fibras de vidrio y una resina termoplástica orgánica.

25 Se usan muchas resinas termoplásticas reforzadas con fibra de vidrio en la industria del automóvil. Por ejemplo, se usan las resinas de poliamida reforzadas con fibra de vidrio para fabricar recipientes para diversos fluidos de automoción tales como cárteres de aceite y piezas del radiador que encapsulan el núcleo del radiador. La combinación de altas temperaturas y la exposición a mezclas de disolventes orgánicos acuosos, tales como etilenglicol y agua puede reducir la resistencia de las resinas de poliamida usadas en las aplicaciones de automoción. Específicamente, una resina de poliamida puede debilitarse por la hidrólisis de los enlaces amida de la poliamida.
30

35 Por lo tanto, sería ventajoso proporcionar una composición de apresto que pueda mejorar la resistencia a la hidrólisis de una resina termoplástica reforzada con fibra de vidrio. También sería ventajoso proporcionar una composición de apresto que pueda mejorar o mantener la resistencia de una resina termoplástica reforzada con fibra de vidrio cuando se lubrica con una sal metálica de ácido graso.

Sumario de la invención

40 Una realización de la presente invención se refiere a una composición de apresto que comprende un isocianato bloqueado y un copolímero de anhídrido maleico que comprende un monómero de anhídrido maleico y un monómero copolimerizable, en la que una parte del copolímero de anhídrido maleico se modifica químicamente por amoníaco o una alquilamina primaria.
45

Otra realización de la presente invención se refiere a una composición de apresto que comprende un isocianato bloqueado y un copolímero de anhídrido maleico que comprende un monómero de anhídrido maleico y un monómero seleccionado del grupo que consiste en etileno, butadieno, metil vinil éter y mezclas de los mismos.

50 Otra realización de la presente invención se refiere a una composición de apresto que comprende un isocianato bloqueado y un copolímero de anhídrido maleico que consiste en un monómero de anhídrido maleico e isobutileno.

Otra realización de la presente invención también se refiere a fibras de vidrio al menos parcialmente recubiertas con el residuo de una composición de apresto de la presente invención.
55

La presente invención también se refiere a resinas termoplásticas reforzadas con fibra de vidrio en las que la fibra de vidrio está recubierta al menos parcialmente con el residuo de una composición de apresto de la presente invención.

60 Los artículos de resina de poliamida termoplástica reforzada con fibras de vidrio al menos parcialmente recubiertas con el residuo de una composición de apresto de la presente invención pueden demostrar una mejora sorprendente en la resistencia de la resina de poliamida reforzada cuando se lubrica con una sal metálica de ácido graso y en la resistencia a la hidrólisis cuando se expone a un medio de agua/etilenglicol en ebullición.

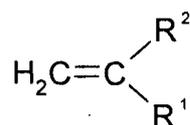
Descripción detallada

- Los valores numéricos expuestos en los ejemplos específicos se informan tan precisamente como es posible. Cualquier valor numérico, sin embargo, contiene inherentemente ciertos errores que resultan necesariamente de la desviación estándar encontrada en sus respectivas mediciones de ensayo.
- Adicionalmente se menciona que, tal como se usa en esta memoria descriptiva, las formas en singular "un", "una" y "el/la" incluyen los referentes en plural a menos que se limite expresa e inequívocamente a un referente.
- La composición de apresto de la presente invención comprende un isocianato bloqueado y un copolímero de anhídrido maleico.
- Los artículos de resina de poliamida termoplástica reforzada con fibras de vidrio al menos parcialmente recubiertas con el residuo de una composición de apresto de la presente invención pueden demostrar una mejora sorprendente en la resistencia de la resina de poliamida reforzada cuando se lubrica con una sal metálica de ácido graso y en la resistencia a la hidrólisis cuando se expone a un medio de agua/etilenglicol en ebullición.
- Las realizaciones de la composición de apresto de la presente invención comprenden un copolímero de anhídrido maleico. En una realización, el copolímero de anhídrido maleico comprende un monómero de anhídrido maleico y un monómero seleccionado del grupo que consiste en etileno, butadieno, metil vinil éter y mezclas de los mismos. En otra realización, el copolímero de anhídrido maleico comprende un monómero de anhídrido maleico y un monómero seleccionado del grupo que consiste en etileno, butadieno y mezclas de los mismos. En otra realización, el copolímero de anhídrido maleico consiste en un monómero de anhídrido maleico e isobutileno.
- En otra realización, el copolímero de anhídrido maleico comprende un monómero de anhídrido maleico y un monómero copolimerizable, en la que una parte del copolímero de anhídrido maleico se modifica químicamente por amoniaco o una alquilamina primaria. En otra realización, el copolímero de anhídrido maleico comprende un monómero de anhídrido maleico y un monómero copolimerizable, en la que una parte del copolímero de anhídrido maleico se modifica químicamente por amoniaco. En otra realización, el copolímero de anhídrido maleico comprende un monómero de anhídrido maleico y un monómero copolimerizable, en la que el copolímero de anhídrido maleico se modifica químicamente por una alquilamina primaria. La modificación química de una parte del copolímero de anhídrido maleico con amoniaco puede convertir una parte de los monómeros de anhídridos maleico en monómeros de maleimida. La modificación química de una parte del copolímero de anhídrido maleico con una alquilamina primaria puede convertir una parte de los monómeros de anhídrido maleico en monómeros de maleimida alquilo sustituida.
- Como se usa en el presente documento, la expresión "monómero de anhídrido maleico" incluye anhídrido maleico y ácido maleico en la forma de ácido libre, sal, o sal parcial. Como se usa en el presente documento, la expresión "sal parcial" se refiere a monómeros de anhídrido maleico que tienen dos grupos carboxi donde un grupo carboxi está en la forma de ácido libre y un grupo carboxi se convierte en una sal. Como se usa en el presente documento, la expresión "monómero de maleimida" incluye maleimida, diamida de maleico y amida de ácido maleico en la forma de ácido libre o sal. Como se usa en el presente documento, la expresión "monómero de maleimida alquilo sustituida" incluye N-alquil maleimida, diamida de N,N'-dialquil maleico y amida de ácido N-alquil maleico en la forma de ácido libre o sal.
- El copolímero de anhídrido maleico puede formarse a partir de la polimerización del anhídrido maleico o el ácido maleico con un monómero copolimerizable seleccionado de etileno, butadieno, metil vinil éter e isobutileno. Como se ha descrito previamente, el copolímero de anhídrido maleico también puede incluir terpolímeros que comprenden un monómero de anhídrido maleico, monómeros copolimerizables y un monómero seleccionado del grupo que consiste en un monómero de maleimida, un monómero de maleimida alquilo sustituida y mezclas de los mismos. La proporción de monómeros en el copolímero de anhídrido maleico no se limita de manera particular, siempre y cuando el copolímero de anhídrido maleico sea operable para mantener o mejorar la resistencia a la hidrólisis y/o la resistencia de una resina termoplástica reforzada. En las realizaciones donde el copolímero de anhídrido maleico se forma a partir de una mezcla de reacción que comprende anhídrido maleico y un monómero copolimerizable, el copolímero de anhídrido maleico resultante puede ser en muchas ocasiones un copolímero alternante de los dos reactivos. Una modificación química adicional del copolímero de anhídrido maleico alternante produce copolímeros de anhídrido maleico donde la proporción de los monómeros de anhídrido maleico, maleimida y maleimida N-sustituida a un monómero copolimerizable es 1:1.
- Puede usarse una solución acuosa del copolímero de anhídrido maleico cuando se formula la composición de apresto. Para los copolímeros de anhídrido maleico que tienen monómeros de anhídrido maleico en la forma anhídrida, el copolímero de anhídrido maleico puede ser poco soluble cuando se dispersa en agua a temperatura ambiente. La solubilidad del copolímero de anhídrido maleico puede mejorarse calentando una solución acuosa del copolímero de anhídrido maleico y convirtiendo los grupos anhídrido del copolímero de anhídrido maleico en los poliácidos correspondientes. Después la solución acuosa formada por la hidrólisis puede usarse para formular la composición de apresto. Tras la hidrólisis, cualquiera de los grupos ácidos libres del copolímero de anhídrido

maleico puede convertirse adicionalmente a partir del ácido libre a una sal. En un método alternativo de preparación de una solución acuosa del copolímero de anhídrido maleico, los copolímeros de anhídrido maleico que tienen monómeros de anhídrido maleico en la forma anhídrida pueden calentarse en una solución acuosa de hidróxido de amonio o una solución acuosa de una alquilamina primaria. La mezcla de reacción puede calentarse a presión a temperaturas por encima de 100 °C. Dependiendo de las condiciones de reacción y si está presente el hidróxido de amonio o una alquilamina primaria, algunos o todos los grupos anhídrido pueden convertirse en poliácidos, sales, sales parciales, diamidas, amidas parciales, imidas y mezclas de los mismos. La formación de diamidas, amidas parciales e imidas en el copolímero de anhídrido maleico puede proporcionar copolímeros de anhídrido maleico que tienen una afinidad optimizada para reaccionar con el grupo amino terminal de una resina de poliamida a través de un mecanismo de reacción de transamidación. Además, la sustitución de grupos amida o imida por sales de poliácidos en el copolímero de anhídrido maleico puede proporcionar copolímeros de anhídrido maleico que tienen una reactividad reducida hacia cualquier lubricante de sal metálica de ácido graso mientras se mantiene la reactividad para una resina de poliamida.

Una sal del anhídrido maleico hidrolizado puede ser la de sales de metal alcalino o de amonio o bien derivadas de hidróxido de amonio o de una amina orgánica primaria, secundaria o terciaria poli- o monofuncionalizada, por ejemplo trietilamina y trietanolamina. El grado de neutralización del anhídrido maleico hidrolizado puede variar. En una realización, un copolímero de anhídrido maleico se neutraliza con una solución acuosa de hidróxido de amonio al 25 %.

Como se usa en el presente documento, la expresión "monómero copolimerizable" se refiere a materiales que pueden copolimerizarse con anhídrido maleico e incluyen, pero sin limitación, olefinas alifáticas, éteres de vinilo, acetatos de vinilo y otros monómeros tipo vinilo. Las olefinas alifáticas copolimerizables son de la fórmula general:



en la que R¹ y R² se seleccionan cada una independientemente del grupo que consiste en grupos hidrogeno, alquilo y alqueno que tienen de 1 a 12 átomos de carbono. Los ejemplos de olefinas alifáticas adecuadas para la copolimerización con anhídrido maleico son etileno, butadieno e isobutileno. Un ejemplo de un éter de vinilo adecuado para la copolimerización con anhídrido maleico es metil vinil éter.

Como se usa en el presente documento, la expresión "alquilamina primaria" se refiere a cualquier compuesto que incluye una amina primaria y que es adecuado para modificar químicamente el copolímero de anhídrido maleico. Las alquilaminas primarias adecuadas en general pueden incluir butilamina, isobutilamina, propilamina, isopropilamina, etilamina, metilamina y pentilamina, poliamidas alifáticas, tales como N,N-dimetilaminopropilamina, N,N-dimetilaminoetilamina, N,N-dietilaminopropilamina, N,N-dietilaminoetilamina y similares, o aminoalcoholes primarios tales como 2-aminoetanol, 3-aminopropanol y similares.

La cantidad y el tipo de monómero de maleimida o monómero de maleimida N-sustituida en el copolímero de anhídrido maleico pueden determinarse por consideraciones tales como una reactividad deseada del copolímero de anhídrido maleico con una resina de poliamida particular o una viscosidad deseada para la composición de apresto. Por ejemplo, un número mayor de grupos amida o imida en un copolímero de anhídrido maleico puede aumentar la reactividad del copolímero de anhídrido maleico con los grupos amino terminales de una resina de poliamida. Además, un mayor número de grupos amida o imida en un copolímero de anhídrido maleico puede reducir la solubilidad del copolímero de anhídrido maleico en una solución acuosa. Los derivados de ácidos tales como ésteres pueden no proporcionar una reactividad aceptable con una resina de poliamida en comparación con amidas, imidas, anhídridos, ácidos libres y sales.

En una realización, el copolímero de anhídrido maleico es un copolímero alternante de un monómero de anhídrido maleico y etileno. Un copolímero alternante de anhídrido maleico y etileno puede adquirirse de Zeeland Chemicals, Inc. En otra realización, el copolímero de anhídrido maleico es un copolímero alternante de un monómero de anhídrido maleico y butadieno. Un copolímero alternante de anhídrido maleico y butadieno conocido como MALDENE 286 puede adquirirse de Lindau Chemicals, Inc. En otra realización, el copolímero de anhídrido maleico es un copolímero alternante de un monómero de anhídrido maleico y metil vinil éter. En otra realización, el copolímero de anhídrido maleico es un copolímero alternante de un monómero de anhídrido maleico e isobutileno. Un copolímero alternante de un monómero de anhídrido maleico e isobutileno conocido como IREZ 160 puede adquirirse de International Specialty Products.

La cantidad del copolímero de anhídrido maleico en la composición de apresto puede depender de varios factores. Por ejemplo, el límite inferior del copolímero de anhídrido maleico puede determinarse por la cantidad eficaz para mantener o mejorar la resistencia a la hidrólisis de una resina termoplástica reforzada. En una realización donde las fibras de vidrio encoladas se usan para reforzar una resina de poliamida termoplástica, la cantidad de copolímero de

anhídrido maleico en la composición de apresto eficaz para mantener o mejorar la resistencia a la hidrólisis de la resina de poliamida termoplástica puede ser mayor del 1 % en peso basado en los sólidos totales. El límite inferior del copolímero de anhídrido maleico también puede determinarse por la cantidad mínima operable para proporcionar una reactividad adecuada con una resina de poliamida. El límite superior del copolímero de anhídrido maleico puede determinarse por una viscosidad de la composición de apresto húmeda adecuada para la aplicación a las fibras de vidrio. En una realización, la cantidad de copolímero de anhídrido maleico que puede proporcionar una composición de apresto húmeda que tiene una viscosidad útil puede ser de menos del 30 % en peso basado en los sólidos totales. En otra realización, la cantidad de copolímero de anhídrido maleico en la composición de apresto varía del 5 al 20 % en peso basado en los sólidos totales.

La composición de apresto de la presente invención comprende un isocianato bloqueado. Como se usa en el presente documento, la expresión "isocianato bloqueado" se refiere a cualquier isocianato donde los grupos isocianato se han hecho reaccionar con un compuesto de manera que el isocianato bloqueado resultante es estable a los hidrógenos activos a 25 °C, y reactivo con los hidrógenos activos a una temperatura por debajo de la temperatura a la que cualquier formador de película presente en los reactivos de la composición de apresto reacciona. Pueden usarse conjuntamente dos o más isocianatos bloqueados.

En la preparación de los isocianatos orgánicos bloqueados, puede usarse cualquier poliisocianato orgánico adecuado. Puede determinarse un poliisocianato orgánico adecuado por la capacidad del poliisocianato para formar reticulaciones con un formador de película en una composición de apresto, por la capacidad del poliisocianato para interactuar con una resina de poliamida, y/o por la capacidad del poliisocianato para interactuar con el copolímero de anhídrido maleico, tal como, pero sin limitación, durante el secado de la composición de apresto y durante la extrusión. Los ejemplos representativos de poliisocianatos orgánicos que pueden ser poliisocianatos orgánicos adecuados son compuestos alifáticos tales como diisocianato de trimetileno, tetrametileno, hexametileno y butilideno, o el necesario para formar diisocianato de isofozona (IPDI); compuestos cicloalquilenos tales como diisocianato de 1,4-ciclohexano; compuestos aromáticos tales como diisocianato de p-fenileno; compuestos alifáticos-aromáticos tales como diisocianato de 4,4'-difenileno metano, diisocianato de 2,4- o 2,6-tolileno o mezclas de los mismos. Los ejemplos representativos de poliisocianatos superiores son triisocianatos tales como 4,4',4''-triisocianato de trifenilmetano y 2,4,5-triisocianato de tolueno. Los ejemplos adicionales de poliisocianatos orgánicos que pueden usarse cuando se practica esta invención incluyen los del tipo biuret y aquellos por los que una reacción de di- o trimerización ha producido anillos de cuatro, cinco o seis miembros. Entre los anillos de seis miembros, pueden mencionarse los anillos isocianúricos derivados de una homo- o hetero- trimerización de diversos diisocianatos solos, con otro/s isocianato/s (por ejemplo, mono-, di- o poliisocianato/s) o con dióxido de carbono. En este último caso, un nitrógeno del anillo isocianúrico se reemplaza por un oxígeno.

Puede determinarse un agente bloqueante adecuado por su capacidad para evitar que el isocianato bloqueado reaccione hasta que se alcanza una temperatura deseada. Los ejemplos representativos de los compuestos que pueden ser agentes bloqueantes adecuados incluyen, pero sin limitación, oximas tales como metil etil cetoxima, oxima de acetona y oxima de ciclohexanona, lactamas tales como épsilon-caprolactama y pirazoles. El uso de oximas, lactamas y pirazoles es deseable debido a que los poliisocianatos bloqueados con oximas, lactamas y pirazoles pueden desbloquearse y reaccionar a temperaturas relativamente más bajas en relación con los poliisocianatos bloqueados con alcoholes.

En una realización donde una resina de poliamida se refuerza con fibras de vidrio encoladas con la composición de apresto de la presente invención, el isocianato bloqueado es una emulsión acuosa de poliisocianato alifático bloqueado con épsilon-caprolactama de Bayer Chemical como NAJ-1058.

La cantidad de isocianato bloqueado en la composición de apresto puede depender de varios factores tales como, pero sin limitación, la compatibilidad de los agentes bloqueantes con otros componentes de la composición de apresto, el tipo y cantidad de cualquier formador de película usado en la composición de apresto y la viscosidad útil de la composición de apresto. Por ejemplo, el límite inferior de la cantidad de isocianato bloqueado en la composición de apresto puede determinarse por la cantidad eficaz para mejorar o mantener la resistencia de una resina termoplástica reforzada. En una realización donde el isocianato bloqueado es un poliisocianato bloqueado con épsilon-caprolactama, el isocianato bloqueado está presente en una cantidad de menos del 50 % en peso basado en los sólidos totales. En otra realización donde el isocianato bloqueado está presente en una dispersión 1:1 de poliisocianato bloqueado con épsilon-caprolactama y poliéter-poliuretano, el isocianato bloqueado está presente en la composición de apresto en una cantidad del 35 al 45 % en peso basado en los sólidos totales.

Las realizaciones de la composición de apresto de la presente invención también pueden comprender un material formador de película. El material formador de película puede seleccionarse de entre varios materiales reconocidos en la técnica para los aprestos de las fibras de vidrio siempre y cuando sea compatible con el copolímero de anhídrido maleico y el isocianato bloqueado en la composición de apresto y/o compatible con cualquier resina que se refuerce en cualquier prensado posterior.

La síntesis de los polímeros formadores de película es bien conocida por los expertos en la materia y no se discutirá en el presente documento. Puede encontrarse una exposición completa en "The Chemistry of Organic Film

Formers", D.H. Solomon, Robert E. Krieger Publishing Company, 1977.

Los ejemplos de materiales formadores de película adecuados incluyen, pero sin limitación, polímeros sintéticos que sean termoplásticos o termoestables. El formador de película específico escogido puede depender de la resina de la matriz termoplástica que se refuerza o del tipo de fibra que se encola. Por ejemplo, los formadores de película tipo epoxi pueden usarse en composiciones de apresto usadas en el refuerzo de resinas de tereftalato de polietileno o de polibutileno. En las realizaciones donde se refuerzan las resinas de poliamida termoplásticas, pueden ser útiles diversas dispersiones de poliuretano tales como soluciones acuosas de polímeros de poliuretano formados por una reacción entre un isocianato o poliisocianato orgánico y un compuesto polihidroxilado orgánico o un polímero de poliéter o poliéster terminado en hidroxilo. La dispersión de poliuretano puede contener un grupo reticulante. Un ejemplo de un formador de película de poliuretano adecuado es una emulsión acuosa de un poliéter-poliuretano de Bayer Chemical como NAJ-1037. Además, el poliuretano puede ser parte de una dispersión que comprende un poliuretano y un isocianato bloqueado. Por ejemplo, las siguientes emulsiones de poliuretano/isocianato bloqueado puede ser adecuadas para su uso en las composiciones de apresto de la presente invención: Witcobond 290H (Witco), Witcobond 60X (Witco), Baybond 403 (Bayer), Baybond PU-130 (Bayer), Baybond XP-7055 (Bayer), Nopco D641 (Henkel), Neoxil 6158 (DSM) y Vestanat EP-DS-1205.

(Degussa)

La proporción de un formador de película, tal como un poliuretano, al isocianato bloqueado no se limita particularmente. En una realización donde el isocianato bloqueado comprende un isocianato alifático bloqueado con caprolactama y el formador de película comprende un poliéter-poliuretano, la proporción de isocianato bloqueado a formador de película puede ser 1:1.

La cantidad y el tipo de material formador de película presente en la composición de apresto puede determinarse mediante diversos factores incluyendo, pero sin limitación, la compatibilidad con el isocianato bloqueado y el copolímero de anhídrido maleico en la composición de apresto, y el coste de un formador de película de manera que las fibras de vidrio encoladas sean un producto viable en el mercado. El límite inferior de la cantidad del material formador de película puede determinarse por la cantidad eficaz más baja para proteger las fibras de vidrio del daño durante el procesamiento o por la cantidad eficaz más baja para promover una adhesión mayor entre las fibras de vidrio. El límite superior de la cantidad del material formador de película puede determinarse por una viscosidad de la composición de apresto húmeda adecuada para la aplicación a las fibras de vidrio o por la cantidad de isocianato bloqueado y/o copolímero de anhídrido maleico necesaria para proporcionar una resistencia a la hidrólisis y una resistencia en una resina de poliamida reforzada aceptables. En una realización, la cantidad de formador de película que puede proporcionar una composición de apresto húmeda que tenga una viscosidad útil es de menos del 60 % en peso basado en los sólidos totales. En otra realización, la cantidad de formador de película es de menos del 45 % en peso basado en los sólidos totales. En otra realización, la cantidad de formador de película varía del 35 al 45 % en peso basado en los sólidos totales.

Las realizaciones de la composición de apresto de la presente invención también pueden comprender un agente de acoplamiento. Los agentes de acoplamiento de silano útiles en la composición de apresto comprenden un grupo funcional que es apto para unirse químicamente con la superficie de la fibra de vidrio y un segundo grupo funcional que es apto para unirse químicamente con una resina. Por lo tanto, un agente de acoplamiento de silano particular incluido en la composición de apresto puede determinarse por la resina termoplástica en la que se usan las fibras de vidrio encoladas para reforzar. Pueden usarse conjuntamente dos o más agentes de acoplamiento. Los ejemplos de agentes de acoplamiento de silano potencialmente útiles en las realizaciones de la composición de apresto donde se refuerza una resina de poliamida termoplástica son amino silanos tales como aminopropiltrimetoxisilano, γ -aminopropiltrióxidosilano, y diaminosilanos tales como N- β (aminoetil) γ -aminopropilmetildimetoxisilano, N- β (aminoetil) γ -aminopropiltrimetoxisilano y N- β (aminoetil) γ -aminopropiltrióxidosilano. En una realización donde se usan las fibras de vidrio encoladas para reforzar una resina de poliamida, el agente de acoplamiento puede comprender γ -aminopropil trietoxisilano, tal como DY-NASYLANAMEO, disponible en el mercado de DeGussa AG de Dusseldorf, Alemania y A-1100 disponible en el mercado de Osi Specialties de Tarrytown, NY. En las realizaciones donde se refuerza una resina termoplástica de tereftalato de polietileno o de polibutileno, un agente de acoplamiento adecuado puede incluir un epoxisilano.

La cantidad del agente de acoplamiento en la composición de apresto puede depender de diversos factores tales como, pero sin limitación, el tipo y la cantidad de formador de película que puede incluirse en la composición de apresto, la afinidad del agente de acoplamiento para una resina particular, y la compatibilidad del agente de acoplamiento con los otros componentes de la composición de apresto. En una realización, la cantidad de agente de acoplamiento puede ser del 10 % en peso basado en los sólidos totales. En otra realización donde el agente de acoplamiento comprende γ -aminopropiltrióxidosilano, la cantidad de agente de acoplamiento puede variar del 2 al 7 % en peso basado en los sólidos totales.

En las realizaciones donde la composición de apresto comprende un agente de acoplamiento de silano, la composición de apresto puede comprender adicionalmente un agente modificador del pH. En una realización, puede usarse un agente modificador del pH, tal como un ácido alquil carboxílico, para el control del pH. Por ejemplo, puede

incluirse una solución de ácido acético acuosa (80 %) a la composición de apresto. También puede añadirse un agente modificador del pH para hidrolizar o activar parcialmente un agente de acoplamiento de silano. También puede incluirse un agente modificador del pH en las composiciones de apresto que no incluyen un agente de acoplamiento de silano.

5 Las realizaciones de la composición de apresto también pueden comprender un tensioactivo adecuado para estabilizar una composición de apresto húmeda. En una realización, la composición de apresto puede comprender un tensioactivo que comprende un copolímero en bloque de óxido de etileno y óxido de propileno tal como SYNPERONIC® PE/F108, que está disponible en el mercado de ICI Surfactants.

10 La cantidad y tipo de tensioactivo en la composición de apresto puede depender de diversos factores tales como, pero sin limitación, una compatibilidad del tensioactivo con los otros componentes de la composición de apresto y la cantidad eficaz para estabilizar una composición de apresto húmeda. En una realización, la cantidad de tensioactivo puede ser de menos del 10 % en peso basado en los sólidos totales. En una realización donde el tensioactivo comprende un copolímero en bloque de óxido de etileno y óxido de propileno, la cantidad de tensioactivo puede variar del 0,1 al aproximadamente 5 % en peso basado en los sólidos totales.

15 Las realizaciones de las composiciones de apresto de la presente invención también pueden comprender un lubricante. El lubricante puede usarse para reducir la abrasión entre filamentos entre las fibras de vidrio y para reducir la abrasión entre las fibras de vidrio y cualquiera de los puntos de contacto durante el procesamiento. El lubricante puede comprender un lubricante de fibras de vidrio catiónico, no iónico, o aniónico o mezclas de los mismos compatible con los otros componentes de la composición de apresto. Los ejemplos de lubricantes útiles en la composición de apresto incluyen condensados de un ácido graso y polietilenimina y una polietilenimina sustituida con una amida. En una realización, la composición de apresto puede comprender un primer lubricante que comprende una polietilenimina amidada parcialmente, tal como EMERY® 6717, disponible en el mercado de Henkel Corporation de Kankakee, IL, o Cognis Corporation de Cincinnati, OH, y un segundo lubricante que comprende un copolímero de ácido carboxílico con óxido de etileno y cadenas laterales alquilo tal como DAPRAL® GE202, disponible en el mercado de Akzo Nobel de Chicago, IL.

20 La cantidad de lubricante incluida en la composición de apresto puede depender de uno o más factores tales como, pero sin limitación, la cantidad suficiente para reducir la abrasión entre filamentos, la cantidad suficiente para facilitar el procesamiento de las fibras de vidrio en las operaciones de fabricación y la cantidad compatible con los otros componentes de la composición de apresto. En una realización, la cantidad de lubricante en la composición de apresto puede ser de menos del 10 % en peso basado en los sólidos totales. En otra realización, el lubricante puede estar presente en una cantidad del 1 al 5 % en peso basado en los sólidos totales.

25 El aglutinante puede comprender adicionalmente un vehículo que comprende cualquier líquido o líquidos compatibles con los componentes de la composición de apresto y los medios de aplicación de la composición de apresto. En una realización, el vehículo es agua. En otra realización, el vehículo comprende uno o más líquidos orgánicos miscibles en agua o solubles en agua junto con agua. En general, el vehículo está presente en una cantidad suficiente para proporcionar una viscosidad de la composición de apresto que facilite la aplicación de un recubrimiento generalmente uniforme de las fibras de vidrio. En una realización donde la composición de apresto se aplica a las fibras de vidrio usando un aplicador de rodillo de transferencia, una viscosidad adecuada para la aplicación e incluso el recubrimiento de las fibras de vidrio es de menos de o igual a 10 centipoises a 25 °C. Una cantidad de vehículo suficiente para proporcionar una composición de apresto que tenga una viscosidad de menos de o igual a 10 centipoises a 25 °C puede ser una cantidad suficiente para proporcionar unos sólidos totales de menos del 20 por ciento. En una realización, el vehículo está presente en una cantidad suficiente para proporcionar unos sólidos totales de entre el 5 y el 15 por ciento.

30 La composición de apresto también puede comprender uno o más de otros ingredientes que son conocidos por los expertos en la materia por ser útiles en los aprestos de las fibras de vidrio tales como emulsionantes, biocida, antiespumante, humectantes, antioxidantes, abrillantadores ópticos y similares.

35 El tipo de fibras de vidrio que se encolan puede determinarse por diversos factores tales como, pero sin limitación, el uso final previsto de las fibras de vidrio encoladas. Por ejemplo, las fibras de vidrio pueden ser de cualquier tipo siempre y cuando las fibras de vidrio sean compatibles con una resina termoplástica que se refuerza. En una realización, las fibras de vidrio forman un producto áspero usado para reforzar una resina de polipropileno. En otra realización, las fibras de vidrio son del tipo adecuado para reforzar una resina de poliamida termoplástica. Las fibras de vidrio adecuadas para reforzar las resinas de poliamida termoplásticas incluyen fibras de tipo cortadas y fibras largas, tales como varillas continuas. La longitud y diámetro de las fibras de vidrio cortadas usadas para reforzar las resinas de poliamida puede determinarse por diversos factores tales como, pero sin limitación, la facilidad de manipulación cuando las fibras de vidrio se amasan en estado fundido con la resina de poliamida, el efecto del refuerzo de las fibras de vidrio y la capacidad de dispersión de las fibras de vidrio. En una realización, la longitud de las fibras de vidrio puede ser mayor de 1 mm. En otra realización, la longitud de las fibras de vidrio puede ser de menos de 50 mm. En otra realización, la longitud de las fibras de vidrio puede estar entre 3,175 mm (1/8 pulgadas) y 12,7 mm (1/2 pulgadas). En otra realización, el diámetro medio de las fibras de vidrio puede ser mayor de 8 µm. En

otra realización, el diámetro medio de las fibras de vidrio puede ser de menos de 25 µm.

Las fibras de vidrio encoladas pueden combinarse con numerosas resinas termoplásticas diferentes para formar artículos de resina termoplástica reforzada con fibra de vidrio. Los ejemplos de materiales termoplásticos disponibles incluyen poliolefinas, poliacetales, poliamidas (nailons), policarbonatos, poliestirenos, copolímeros de estireno-acrilonitrilo, copolímeros de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), cloruro de polivinilo (PVC), tereftalatos de polietileno, tereftalatos de polibutileno y combinaciones de resinas termoplásticas.

En una realización, la resina termoplástica reforzada con las fibras de vidrio encoladas comprende una resina de poliamida tal como, pero sin limitación, poliamida 66, poliamida 46, poliamida 610, poliamida 612, poliamida 6T (polihexametileno tereftalamida) y poliamida 6I (polihexametileno isoftalamida) obtenidas mediante polimerización por condensación de una diamina con un ácido dicarboxílico; poliamida 6 y poliamida 12 obtenidas mediante polimerización por apertura de anillo de una lactama; poliamida 11 obtenida mediante polimerización por autocondensación de un ácido ω-aminocarboxílico; y copolímeros y combinaciones de los mismos. Una resina de poliamida particular puede escogerse basándose en unas características mecánicas, la resistencia al calor, la temperatura de cristalización, la capacidad para moldearse y el aspecto de los moldeados de la resina.

Las resinas termoplásticas de poliamida pueden lubricarse con una sal metálica de ácido graso tal como una sal de sodio, litio, calcio, magnesio, cinc o aluminio de un ácido graso que tiene 9 o más átomos de carbono tal como ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido behénico, ácido cerótico, ácido montánico, ácido melísico, ácido oleico y ácido erúcido. También, pueden usarse conjuntamente dos o más sales metálicas de ácidos grasos. La sal metálica de ácido graso puede usarse para reducir la torsión durante el amasado en estado fundido de la resina de poliamida termoplástica y las fibras de vidrio encoladas en un extrusor, para mejorar las características de liberación del molde de la resina, o mejorar el flujo de fundido de la resina durante el moldeo por inyección. En una realización, el estearato de calcio se usa para lubricar una resina de poliamida que se refuerza con las fibras de vidrio encoladas. Un isocianato bloqueado con caprolactama, como se describe junto con las composiciones de apresto de la presente invención, puede mejorar la resistencia de la resina de poliamida lubricada con estearato de calcio.

Las composiciones de apresto de la presente invención pueden prepararse mediante la adición de los componentes usando cualquier método adecuado conocido por los expertos en la materia. Por ejemplo, los componentes pueden añadirse secuencialmente los unos a los otros, o pueden pre diluirse en un vehículo antes de combinarse para formar la composición de apresto.

La composición de apresto puede aplicarse a las fibras de vidrio mediante métodos adecuados conocidos por los expertos en la materia tales como, pero sin limitación, poniendo en contacto las fibras de vidrio con un aplicador estático o dinámico, tal como un aplicador de rodillo o cinta, o mediante pulverización, o por otros medios. La concentración total de los componentes no volátiles en la composición de apresto puede ajustarse en un intervalo amplio de acuerdo con los medios de aplicación que se usan, el carácter de la fibra de vidrio que se encola, y el peso del recubrimiento de apresto seco deseados para el uso previsto de las fibras de vidrio encoladas.

La composición de apresto puede aplicarse a las fibras de vidrio en la operación de formación de las fibras. Después de que la composición de apresto se aplique a las fibras de vidrio continuas, las fibras se secan para retirar el vehículo, y después se cortan a una longitud adecuada. De manera alternativa, después de que la composición de apresto se aplique a las fibras de vidrio continuas, las fibras se cortan y después se secan.

Las hebras de las fibras de vidrio continuas pueden cortarse usando técnicas conocidas por los expertos en la materia incluyendo, pero sin limitación, procesos de cortado directos y procesos de cortado remotos.

Como se ha expuesto anteriormente, la longitud de las fibras de vidrio cortadas puede variar dependiendo de diversos factores tales como, pero sin limitación, el tipo de resina termoplástica en la que la fibra de vidrio cortada se usara para reforzarla y el uso destinado de un artículo de resina termoplástica reforzada con fibra de vidrio. Como se ha expuesto anteriormente en las realizaciones donde la fibra cortada encolada se usa para reforzar las resinas de poliamida, la longitud puede tener un límite inferior de 1 mm. Adicionalmente, la fibra cortada encolada usada para reforzar las resinas de poliamida puede tener un límite superior de longitud de 50 mm.

Las fibras de vidrio encoladas pueden incorporarse en las resinas termoplásticas en cualquier proceso de moldeo adecuado conocido por los expertos en la materia usando o bien hebras cortadas, hebras continuas, o mezclas de las mismas. Las hebras de fibras cortadas encoladas pueden mezclarse con una resina termoplástica en una mezcla de polvo seco. La mezcla puede moldearse por compresión o inyección para producir un artículo de resina termoplástica reforzada con fibra de vidrio. Las resinas termoplásticas reforzadas con fibras de vidrio pueden usarse en el proceso de moldeo tal como moldeo por inyección, moldeo por extrusión, moldeo por soplado o moldeo por presión.

Ejemplos

- 5 Las composiciones de apresto en los ejemplos 1-8 y los ejemplos comparativos 10 y 11 se prepararon usando técnicas de formulación convencionales. Antes de preparar las composiciones de apresto en los ejemplos 1-2 y 4-8 y el ejemplo comparativo 10, se preparó una mezcla acuosa del respectivo copolímero de anhídrido maleico (etileno/MA o isobutileno/MA) y se usó en la composición de apresto. Las mezclas acuosas se calentaron a entre 90 y 100 °C a presión atmosférica durante aproximadamente 2 horas seguido de un enfriamiento y la adición de una solución acuosa de hidróxido de amonio al 25 %.
- 10 Antes de preparar la composición de apresto en el ejemplo 9, se calentó una mezcla acuosa de hidróxido de amonio y un copolímero de etileno anhídrido maleico a aproximadamente 120 °C a presión durante aproximadamente 0,5 a 1 hora. El copolímero de anhídrido maleico modificado químicamente resultante se incorporó en una composición de apresto de la presente invención y proporcionó composiciones de apresto que tenían características de comportamiento similares a las composiciones de apresto de los ejemplos 1-8.
- 15 Las composiciones de apresto en los ejemplos 1-9, y los ejemplos comparativos 10 y 11 se aplicaron usando un aplicador de tipo rodillo de transferencia al material de las hebras de las fibras de vidrio producidas en un proceso en línea continuo.
- 20 Después las hebras encoladas formadas se pasaron a través de un cortador para cortarse en segmentos de aproximadamente 4,5 mm y después se secaron.

Tabla 1

Componente	unidades	Ejemplos		
		1	2	3
Tipo de copolímero de anhídrido maleico	-	etileno/MA ¹	etileno/MA ¹	butadieno/MA ²
Cantidad de copolímero de anhídrido maleico	kg	0,36	0,71	5,27
Isocianato bloqueado ⁸	kg	7,0	6,25	9,2
PU ⁹	kg	7,0	6,25	9,2
Agente de acoplamiento de silano ³	kg	0,4	0,4	0,60
Lubricante ⁴	kg	0,065	0,065	0,098
Lubricante ⁵	kg	0,035	0,035	0,053
Tensioactivo ⁶	kg	-	-	0,113
Ácido acético (80 % activo)	kg	0,156	0,156	0,200
Amoniaco (25 % activo)	kg	0,38	0,77	0,454
Agua		Restante hasta 100 kg	Restante hasta 100 kg	Restante hasta 100 kg

25

Tabla 2

Componente	unidades	Ejemplos		Ejemplo comparativo
		4	5	10
Isocianato bloqueado ⁸	kg	16,7	8,45	
PU ⁹	kg		8,45	14,7
Copolímero de etileno/MA ¹	kg	0,44	0,44	0,44
Agente de acoplamiento de silano ³	kg	0,503	0,503	0,503
Lubricante ⁴	kg	0,081	0,081	0,081
Lubricante ⁵	kg	0,044	0,044	0,044
Tensioactivo ⁶	kg	0,125	0,125	0,125
Ácido acético (80 %)	kg	0,168	0,168	0,168
Amoniaco (25 % activo)	kg	0,480	0,480	0,480
Agua		Restante hasta 100 kg	Restante hasta 100 kg	Restante hasta 100 kg

Tabla 3

Componente	unidades	Ejemplos		
		6	7	8
Tipo de copolímero de anhídrido maleico		isobuteno/MA ⁹	isobuteno/MA ⁹	isobuteno/MA ⁹
Cantidad de copolímero de anhídrido maleico	kg	0,38	0,69	1,12
Isocianato bloqueado ⁸	kg	8,9	8,5	7,65

PU ⁹	kg	8,9	8,5	7,65
Agente de acoplamiento de silano ³	kg	0,50	0,50	0,50
Lubricante ⁴	kg	0,081	0,081	0,081
Lubricante ⁵	kg	0,044	0,044	0,044
Tensioactivo ⁶	kg	0,79	0,016	0,81
Ácido acético (80 %)	kg	0,168	0,168	0,168
Agua		Restante hasta 100 kg	Restante hasta 100 kg	Restante hasta 100 kg

Tabla 4

		Ejemplo 9
Componente	Unidades	1
Tipo de copolímero de anhídrido maleico	-	etileno/MA ¹⁰
Cantidad de copolímero de anhídrido maleico	kg	0,44
Isocianato bloqueado ⁸	kg	8,5
PU ⁹	kg	8,5
Agente de acoplamiento de silano ³	kg	0,5
Lubricante ⁴	kg	0,081
Lubricante ⁵	kg	0,044
Tensioactivo ⁶	kg	0,125
Ácido acético (80 % activo)	kg	0,195
Amoniaco (25 % activo)	kg	0,48
Agua		Restante hasta 100 kg
¹ Etileno/MA - copolímero alternante de etileno y anhídrido maleico (EMA, de Zeeland Chemicals, Inc.) ² Butadieno/MA - copolímero alternante de butadieno y anhídrido maleico (Maldene 286, de Lindau Chemicals, Inc.) proporcionado como una solución acuosa del copolímero neutralizado parcialmente. ³ Agente de acoplamiento de silano-gamma-aminopropil trietoxisilano (AMEO, de Degussa) ⁴ Lubricante – polietilenoimina amidada parcialmente (Emery® 6717L, de Henkel) ⁵ Lubricante - copolímero de ácido carboxílico con óxido de etileno y cadenas laterales alquilo (Dapral® GE202, de AKZO-Nobel). ⁶ Tensioactivo – Copolímero en bloque de óxido de etileno y óxido de propileno (Synperonic PE/F108, de C.H. Erbsloh, Alemania) ⁷ Isobuteno/MA = copolímero alternante de isobutileno y anhídrido maleico (IREZ-160, de ISP) ⁸ isocianato alifático bloqueado con caprolactama - NAJ-1058 (Bayer Chemical) ⁹ PU = formador de película de poliéter-poliuretano - NAJ-1037 (Bayer Chemical) ¹⁰ Etileno/MA – una mezcla de copolímero alternante de etileno y anhídrido maleico (EMA, de Zeeland Chemicals, Inc.) modificado químicamente por hidróxido de amonio calentando a 120 °C a presión durante 1 hora.		

5 Cada una de las hebras de las fibras de vidrio cortadas encoladas de 4,5 mm secadas preparadas en los ejemplos 1-3 y 6-9 se elaboraron con nailon 6,6 (Ultramid A3 de BASF) en una proporción peso a peso de 70/30 de nailon a fibra de vidrio y se moldearon por inyección en barras de ensayo del compuesto normalizadas.

10 Las barras de ensayo del compuesto se sumergieron durante 120 horas en una mezcla en ebullición (aproximadamente 135 °C) de etilenglicol y agua (proporción peso a peso de 93/7) y después se ensayaron para evaluar las propiedades mecánicas tales como resistencia a la tracción, Charpy sin muesca en V y alargamiento a rotura. Estas condiciones se destinan a simular las condiciones de hidrólisis extremas, por ejemplo en un radiador de un automóvil, donde la resistencia a la humedad del compuesto es deseable en condiciones de temperatura y presión elevadas.

15 Las propiedades de tracción (resistencia en MPa y el alargamiento a rotura en %) se midieron de acuerdo con la ISO-527. La resistencia al impacto de Charpy sin muesca en V (en kJ/m²) se midió de acuerdo con la ISO-179.

20 Los tres experimentos separados se ejecutaron con los resultados de los diversos ensayos mostrados en las Tablas 5-7. También, en las Tablas 5-7, el ejemplo comparativo 11 muestra los resultados de los diversos ensayos para un nailon 6,6 (Ultramid A3) reforzado con fibras de vidrio encoladas con una composición de apresto de uso general que contenía una emulsión de poliuretano/isocianato bloqueado y no un copolímero de anhídrido maleico.

Tabla 5 – Resultados del ensayo de hidrólisis

		Ejemplos		Ejemplo comparativo
Componente	unidades	1	2	11
Tipo de copolímero de anhídrido maleico	-	etileno/MA ¹	etileno/MA ¹	-
Cantidad de copolímero de anhídrido maleico	kg	0,36	0,71	-
Charpy sin muesca en V	kJ/m ²	85,2	85,2	33,0
Resistencia a la tracción	MPa	90,1	88,5	54,2
Alargamiento a rotura	%	3,8	3,9	2,4

Tabla 6 – Resultados del ensayo de hidrólisis

		Ejemplos				Ejemplo comparativo
Componente	unidades	3	6	7	8	11
Tipo de copolímero de anhídrido maleico	-	butadieno/MA ²	isobuteno/MA ³	isobuteno/MA ³	isobuteno/MA ³	-
Cantidad de copolímero de anhídrido maleico	kg	5,27	0,38	0,69	1,12	-
Charpy sin muesca en V	kJ/m ²	75,0	60,5	55,9	63,6	37,2
Resistencia a la tracción	MPa	90,4	76,3	72,1	82,1	56,4
Alargamiento a rotura	%	4,5	3,5	3,2	3,8	2,6

5

Tabla 7 – Resultados del ensayo de hidrólisis

		Ejemplo	Ejemplo comparativo
Componente	unidades	9	11
Tipo de copolímero de anhídrido maleico	-	etileno/MA ¹⁰	-
Cantidad de copolímero de anhídrido maleico	kg	0,44	-
Charpy sin muesca en V	kJ/m ²	76,9	37,0
Resistencia a la tracción	MPa	90,3	57,4
Alargamiento a rotura	%	4,4	2,6

Los resultados obtenidos indican un aumento en la resistencia a la hidrólisis y resistencia de la resina de poliamida cuando la resina de poliamida se refuerza con fibras de vidrio encoladas con un apresto de la presente invención. De manera específica, cada una de las resinas de poliamida reforzadas con las composiciones de apresto de los ejemplos 1-3 y 6-9 mostraron un Charpy sin muesca en V, resistencia a la tracción y alargamiento a rotura aumentados cuando se compararon con las resinas de poliamida reforzadas con una composición de apresto de uso general que contenía una emulsión de poliuretano/isocianato bloqueado y no un copolímero de anhídrido maleico (ejemplo comparativo 11).

10

15

En experimentos separados, las resinas de poliamida lubricadas con estearato de calcio se reforzaron con fibras de vidrio encoladas con los ejemplos 4-5 y 9 y con el ejemplo comparativo 10. Sin someter a las barras a un tratamiento en un baño de etilenglicol/agua, las barras de ensayo del compuesto se ensayaron para Charpy sin muesca en V, resistencia a la tracción y alargamiento a rotura. Los resultados del ensayo en las Tablas 8 y 9 mostraron que la presencia del isocianato bloqueado en los aprestos de los ejemplos 4-5 y 9 contribuyó a mejorar la resistencia de las barras de ensayo en relación a las resinas de poliamida reforzadas con el apresto del ejemplo comparativo 10, que no incluye ninguno de los isocianatos bloqueados.

20

Tabla 8 – Estearato de calcio seco como resultados del ensayo de moldeado

		Ejemplos		Ejemplo comparativo
Componente	unidades	4	5	10
Isocianato bloqueado ⁸	kg	16,7	8,45	-
PU ⁹	kg	-	8,45	14,7
Contenido de vidrio	%	30,0	29,7	29,5
Charpy sin muesca en V	kJ/m ²	77,3	74,4	71,8
Resistencia a la tracción	MPa	183,4	183,0	172,2
Alargamiento a rotura	%	3,4	3,4	3,1

Tabla 9 – Estearato de calcio seco como resultados del ensayo de moldeo

Componente	unidades	Ejemplo 9	Ejemplo comparativo 10
Isocianato bloqueado ⁸	kg	16,7	-
PU ⁹	kg	-	14,7
Contenido de vidrio	%	30,0	29,8
Charpy sin muesca en V	kJ/m ²	82,7	79,5
Resistencia a la tracción	MPa	171,1	170,7
Alargamiento a rotura	%	3,6	3,5

- 5 Las características deseables que pueden exhibirse por la presente invención incluyen, pero sin limitación, proporcionar una resistencia a la hidrólisis a una resina termoplástica reforzada sometida a un baño de etilenglicol/agua en ebullición. Otra característica deseable que puede exhibirse por la presente invención es mejorar o mantener la resistencia (a la tracción y/o impacto) de una resina de poliamida termoplástica reforzada lubricada con un lubricante de sal metálica de ácido graso.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición de apresto que comprende un isocianato bloqueado y un copolímero de anhídrido maleico que comprende un monómero de anhídrido maleico y un monómero seleccionado del grupo que consiste en etileno, butadieno, metil vinil éter y mezclas de los mismos.
2. Una composición de apresto que comprende un isocianato bloqueado y un copolímero de anhídrido maleico que consiste en un monómero de anhídrido maleico e isobutileno.
- 10 3. Una composición de apresto que comprende un isocianato bloqueado y un copolímero de anhídrido maleico que comprende un monómero de anhídrido maleico y un monómero copolimerizable, en donde una parte del copolímero de anhídrido maleico está modificada químicamente por amoniaco o una alquilamina primaria.
- 15 4. La composición de apresto de la reivindicación 1, en la que el copolímero de anhídrido maleico comprende un monómero de anhídrido maleico y un monómero seleccionado del grupo que consiste en etileno, butadieno y mezclas de los mismos.
- 20 5. La composición de apresto de la reivindicación 1, en la que el copolímero de anhídrido maleico es un copolímero alternante de un monómero de anhídrido maleico y etileno.
6. La composición de apresto de la reivindicación 1, en la que el copolímero de anhídrido maleico es un copolímero alternante de un monómero de anhídrido maleico y butadieno.
- 25 7. La composición de apresto de la reivindicación 3, en la que el copolímero de anhídrido maleico comprende un monómero de anhídrido maleico y un monómero copolimerizable, en donde una parte del copolímero de anhídrido maleico se modifica químicamente mediante amoniaco para convertir una parte de los monómeros de anhídrido maleico en monómeros de maleimida.
- 30 8. La composición de apresto de la reivindicación 3, en la que el monómero copolimerizable se selecciona del grupo que consiste en etileno, butileno, isobutileno, metil vinil éter y mezclas de los mismos.
9. La composición de apresto como en cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que el isocianato bloqueado comprende un poliisocianato bloqueado con caprolactama.
- 35 10. La composición de apresto como en cualquiera de las reivindicaciones 1-3, que comprende adicionalmente un formador de película.
11. La composición de apresto de la reivindicación 10, en la que el formador de película comprende poliuretano.
- 40 12. La composición de apresto como en cualquiera de las reivindicaciones 1-3, que comprende adicionalmente un agente de acoplamiento.
- 45 13. La composición de apresto de la reivindicación 12, en la que el agente de acoplamiento comprende un amino silano.
14. La composición de apresto de la reivindicación 13, en la que el amino silano comprende un gamma-aminopropiltrialquiloxisilano.
- 50 15. La composición de apresto como en cualquiera de las reivindicaciones 1-3, que comprende adicionalmente un lubricante.
16. Una fibra de vidrio al menos parcialmente recubierta con el residuo de la composición de apresto de cualquiera de las reivindicaciones 1-3.
- 55 17. Una pluralidad de fibras de vidrio que comprenden al menos una fibra de vidrio de la reivindicación 16.
18. Una composición de resina termoplástica reforzada con fibra de vidrio que comprende una resina termoplástica, y fibras de vidrio al menos parcialmente recubiertas con el residuo de la composición de apresto de cualquiera de las reivindicaciones 1-3.
- 60 19. La composición de resina termoplástica reforzada con fibra de vidrio de la reivindicación 18, en la que la resina termoplástica comprende una resina de poliamida.