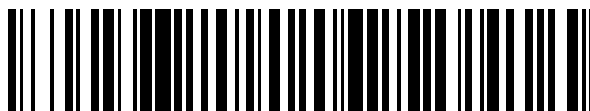


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 617 184**

51 Int. Cl.:

C08J 3/14 (2006.01)
C08L 77/00 (2006.01)
C08L 101/00 (2006.01)
C08L 77/06 (2006.01)
C08L 77/02 (2006.01)
C08G 73/14 (2006.01)
C08G 73/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.02.2013 PCT/JP2013/053104**
87 Fecha y número de publicación internacional: **22.08.2013 WO2013122008**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.02.2013 E 13749799 (6)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.11.2016 EP 2816072**

54 Título: **Partículas de material compuesto de poliamida y método para producir las mismas**

30 Prioridad:

15.02.2012 JP 2012030075

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.06.2017

73 Titular/es:

**TORAY INDUSTRIES, INC. (100.0%)
1-1, Nihonbashi-Muromachi 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 103-8666, JP**

72 Inventor/es:

**KOBAYASHI HIROSHI;
OTSUBO TAKAHIKO y
TAKEZAKI HIROSHI**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 617 184 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

Partículas de material compuesto de poliamida y método para producir las mismas

5 **Campo técnico de la invención**

La presente invención se refiere a nuevas partículas finas de polímero de material compuesto y a un método para producir las mismas, las nuevas partículas finas de polímero de material compuesto que tienen diversas propiedades y características que no se pueden conseguir con las partículas finas de polímero que comprenden un solo tipo de poliamida.

Antecedentes de la invención

Las partículas finas de polímero significa partículas finas de material compuesto de un polímero, y las partículas finas en general tienen una amplia gama de diámetros de varias decenas de nm a varios cientos de micrómetros. A diferencia de productos de polímero moldeado, tales como películas, fibras, productos moldeados por inyección y productos moldeados por extrusión, las partículas finas de polímero se utilizan para la modificación y mejora de diversos materiales utilizando la gran área de superficie específica y la estructura de partículas finas. Sus usos principales incluyen modificadores para cosméticos, aditivos para tóneres, modificadores de reología para pinturas y similares, agentes para el diagnóstico médico y el examen, y aditivos para productos moldeados tales como materiales de automóviles y materiales de construcción.

En particular, se han usado más en los últimos años debido a la estructura de las partículas ventajosa de partículas finas de polímero, como materiales para la creación rápida de prototipos y la fabricación rápida, es decir, técnicas para producir productos moldeados hechos a medida que se combinan con tecnologías de procesamiento láser. Con el fin de obtener el mejor efecto posible de las partículas finas en dicho uso, hay una demanda creciente para partículas finas de polímero que tienen diversas propiedades tales como una alta esfericidad y una distribución del tamaño de partícula estrecha, además de altas propiedades mecánicas, alta resistencia al calor y alta resistencia a disolventes.

En esa situación, en los últimos años se están desarrollando partículas finas de poliamida desde el punto de vista de su excelente resistencia a la fractura, resistencia al impacto y resistencia química, y su buena resistencia al calor y resistencia a los disolventes, y se utilizan en una variedad de áreas tales como modificadores para resina epoxi, bases cosméticas y materiales para la creación rápida de prototipos.

Sin embargo, debido a la creciente variedad de diferentes materiales, surge una situación en la que hay mayores demandas de propiedades y características que no se pueden conseguir por partículas finas de poliamida convencional.

Con el fin de hacer frente a dicha situación, se proponen soluciones de partículas compuestas de partículas finas de poliamida en combinación con un material diferente (véase la Bibliografía de patente 1-3).

Sin embargo, muchas de estas soluciones de partículas compuestas son soluciones en combinación con un material inorgánico que deterioran las propiedades intrínsecas de las partículas finas de poliamida, tales como la excelente resistencia a la fractura y la flexibilidad. A fin de mantener las propiedades intrínsecas de las partículas finas de poliamida y producir una mejora adicional en sus propiedades y características, se prefiere producir un material compuesto de una poliamida en combinación con un polímero diferente. Una forma de realización de un polímero de material compuesto de partículas finas de este tipo es una estructura de núcleo-corteza. Sin embargo, en los casos en los que los componentes de poliamida forman una corteza, cuando la corteza es fina las propiedades de los componentes del núcleo se manifiestan poderosamente en lugar de las propiedades intrínsecas de las partículas finas de poliamida, y cuando la corteza es gruesa, el efecto de la composición se vuelve pequeño. Por otro lado, en los casos en los que el componente de poliamida forma un núcleo, aunque puede ser una ventaja en la modificación superficial de las partículas finas de poliamida, hay deficiencias en la mejora de las propiedades y características propias de las partículas finas. Debido a estas razones, y desde el punto de vista de las mejoras en las propiedades del polímero y las características obtenidas por la composición, una estructura preferida de las partículas finas de material compuesto de poliamida es una estructura en la que un componente diferente se dispersa en una matriz y cuyo ejemplo representativo es una resina de ABS.

Como ejemplo de la composición de partículas finas de poliamida, se describen partículas finas de material compuesto de poliamida obtenidas eliminando los componentes del medio después de la fusión y amasado de todas las materias primas de polímeros (véase la Bibliografía de patente 4), y se presume que se pueden obtener partículas finas de polímero que tienen una estructura de mar-ísla, etc. cuando hay una alta compatibilidad entre la poliamida y un polímero a componer. Sin embargo, en el caso en que su diferencia es relativamente grande, es decir, en el caso en el que la compatibilidad entre la poliamida y un polímero a componer es relativamente baja, solo se obtiene una estructura de núcleo-corteza. Por lo tanto, esencialmente no existe ninguna descripción de un método para obtener una estructura de dispersión deseada.

Además, aunque las partículas finas de polímero de material compuesto obtenidas por este método son en su mayoría de forma esférica o globular, las partículas finas parcialmente contienen las irregulares, por lo que es necesario eliminar estas partículas finas irregulares cuando se requieren partículas globulares. Sin embargo, es muy difícil de eliminar solo las irregulares de un gran número de partículas.

Además, en este método, es necesario elevar la temperatura de amasado hasta el punto de fusión del material polimérico o superior. Así, en el caso en el que las temperaturas de fusión de los polímeros son muy diferentes unas de otras, es difícil controlar la composición debido a problemas tales como la diferencia de viscosidad entre los materiales poliméricos, etc.

Como se ha descrito anteriormente, el estado actual es que aún no se han descubierto partículas finas de material compuesto de poliamida esférica y un método para producir las mismas, las partículas finas de material compuesto de poliamida esférica que tienen una estructura en la que, en una matriz de poliamida, se dispersa un polímero diferente que tiene una compatibilidad relativamente baja.

Lista de citas

Bibliografía de patente

- Bibliografía de patente 1: JP-A-2008-239638
 Bibliografía de patente 2: JP-A-2010-18684
 Bibliografía de patente 3: JP-A-2010-132811
 Bibliografía de patente 4: JP-B-4574978

El documento EP 2 287 236 describe un método de producción de partículas finas de polímero que comprende producir una emulsión en un líquido preparado disolviendo y mezclando un polímero A y un polímero B en disolventes orgánicos en los que, como fases separadas, se forman una fase de solución compuesta principalmente de polímero A y una fase de solución compuesta principalmente del polímero B, y poniéndola en contacto con un mal disolvente para el polímero A para precipitar el polímero A.

En un ejemplo específico se prepara una mezcla de reacción que incluye una poliamida, una resina epoxi de tipo bisfenol A, una amina de poliamida, ácido fórmico y un alcohol polivinílico. Se colocó en un matraz de 100 ml de cuatro bocas, se calentó a 80 °C, y se agita hasta que el polímero se disuelve. Después de enfriar el líquido a temperatura ambiente, se empezó a gotear 60 g de agua de intercambio iónico, que se utiliza como mal disolvente, a través de una bomba de alimentación de líquido a una velocidad de 0,05 g/min mientras se agitaba adecuadamente a 900 rpm. Se continuó con el goteo a una velocidad de goteo creciente, y todo el volumen de agua se consumió en 90 minutos. El líquido se volvió blanco cuando se añadió 10 g de agua sometida a intercambio iónico. Cuando se hubo goteado la mitad del volumen del agua de intercambio iónico, el líquido se calentó hasta 60 °C, y se siguió goteando el agua restante. Después de añadir todo el volumen de agua, se continuó la agitación durante 30 minutos. Después de enfriar el líquido a temperatura ambiente, el líquido de la suspensión resultante se filtró, se lavó con 50 g de agua de intercambio iónico, y se secó al vacío a 80 °C durante 10 horas, proporcionando de este modo 1,1 g de un sólido blanco. La observación por microscopía electrónica de barrido mostró que el polvo preparado de este modo era partículas finas de poliamida con un diámetro promedio de partícula de 26,0 µm y un índice de distribución de diámetro de partícula de 1,1. Las partículas se sometieron a análisis cualitativo mediante espectrofotometría de infrarrojos y se encontró un pico de absorción característico de la resina epoxi a 828 cm⁻¹.

Sumario de la invención

Problema técnico

Un objeto de la presente invención es proporcionar nuevas partículas finas de material compuesto de poliamida en las que la excelente resistencia a la fractura, resistencia al impacto, resistencia química, etc., intrínsecas a partículas finas de poliamida no se vean afectadas y que tienen diferentes propiedades y características tales como una alta resistencia a la fractura, resistencia al impacto y resistencia al calor que no se pueden conseguir con las partículas finas de polímero que comprenden un solo tipo de poliamida, y proporcionar un método para producir industrialmente y de manera ventajosa la poliamida de material compuesto de partículas finas sin estar limitado por los tipos de polímero a componer.

Solución al problema

Para conseguir el objeto descrito anteriormente, los inventores de la presente invención han llegado a las siguientes invenciones como resultado de una investigación rigurosa.

En concreto, la presente invención es como sigue.

[1] Partículas finas de material compuesto de poliamida que comprenden una poliamida (a) que tiene un punto de

fusión o una temperatura de transición vítrea superior a 100 °C y un polímero (A2) diferente de dicha poliamida (A1), caracterizado por que dicho polímero (A2) comprende al menos uno seleccionado del grupo que consiste en una poliamida diferente de dicha poliamida (A1), un elastómero de poliamida, un poliéster, un elastómero de poliéster, un poliarilato amorfo, un policarbonato, una polietersulfona, un éter de poliarileno, una polieterimida, una poliamidaimida, una poliéter cetona, y una cetona polieteréter, dichas partículas finas de material compuesto de poliamida que tienen una estructura de dispersión en la que se dispersa una pluralidad de dominios, cada uno que tiene un diámetro de partícula de 0,05 a 100 µm cuyo componente principal es dicho polímero (A2), en una matriz que tiene dicha poliamida (A1) como su componente principal, y dichas partículas finas de material compuesto de poliamida que tienen un diámetro promedio de partícula de 0,1 a 500 µm y una esfericidad de 80 o superior,

en el que, cuando los parámetros de solubilidad de dicha poliamida (A1) y dicho polímero (A2) se denominan δ_{A1} y δ_{A2} , respectivamente, se satisface una relación de $|\delta_{A1} - \delta_{A2}| \geq 0,1 [(J/cm^3)^{1/2}]$, el diámetro de partícula de los dominios con el componente principal (A2) que se mide incorporando las partículas finas de polímero en una resina epoxi para microscopía electrónica y la el curado de la misma, la preparación de una muestra mediante la técnica de sección congelada con un espesor de 0,1 µm, la observación de las secciones transversales de las partículas por microscopía electrónica de transmisión, la medición de las áreas de sección transversal de 50 dominios seleccionados al azar de la fotografía obtenida del microscopio electrónico de transmisión, y la definición del diámetro de partícula como un promedio de diámetros de los círculos verdaderos obtenidos de acuerdo con la siguiente ecuación de conversión mediante la conversión de cada uno de los 50 dominios a un verdadero círculo que tiene un área equivalente a la del dominio correspondiente; por lo que si en una sola partícula existen menos de 50 dominios, la medición se lleva a cabo seleccionando 50 dominios al azar a partir de fotografías de sección transversal de dos o más partículas:

[Mat. 1]

$$D_{dominio} = \frac{\sum_{i=1}^n \sqrt{4S_i / \pi}}{n}$$

en la que $D_{dominio}$ representa el diámetro de partícula de los dominios, S_i representa el área de la sección transversal de cada dominio, y n representa el número de mediciones; el diámetro promedio de partícula de las partículas finas de material compuesto de poliamida que se mide al medir los diámetros de 100 partículas seleccionadas al azar a partir de una fotografía de microscopio electrónico de barrido y el cálculo de la media aritmética de aquellos; y la esfericidad de las partículas finas de material compuesto de poliamida se mide midiendo el diámetro más largo y el diámetro más corto de 30 partículas seleccionadas al azar durante la observación de las partículas usando microscopía electrónica de barrido, y a continuación, calculando el valor de acuerdo con la siguiente ecuación:

[Mat. 4]

$$S = \frac{\sum_{i=1}^n (D_{Si} / D_{Li})}{n} \times 100$$

en la que S representa la esfericidad, D_{Si} representa el diámetro más corto, D_{Li} representa el diámetro más largo y n representa el número de mediciones.

[2] Las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con [1], en las que el contenido de dicho polímero (A2) está en un intervalo del 0,1 al 50 % en volumen con respecto a la totalidad de dichas partículas finas de material compuesto de poliamida.

[3] Las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con [1] o [2], en las que el índice de distribución del tamaño de partícula de dichas partículas finas de material compuesto de poliamida está en un intervalo de 1 a 3, el índice de distribución del tamaño de partícula que se calcula a partir del diámetro de cada partícula de acuerdo con la siguiente ecuación de conversión:

[Mat. 3]

$$Dn = \sum_{i=1}^n Di / n$$

$$Dv = \sum_{i=1}^n Di^4 / \sum_{i=1}^n Di^3$$

$$PDI = Dv / Dn$$

en la que Di representa el diámetro de cada partícula, n representa el número de mediciones, Dn representa el número de diámetro de partícula promedio, Dv representa el diámetro promedio de partícula en volumen, y PDI representa el índice de distribución del tamaño de partícula.

5 [4] Un método para producir partículas finas de poliamida de material compuesto, caracterizado por que, en un sistema en el que, cuando una poliamida (A1), un polímero (A2) diferente de dicha poliamida (A1), dicho polímero (A2) que comprende al menos uno seleccionado del grupo que consiste en una poliamida diferente de dicha poliamida (A1), un elastómero de poliamida, un poliéster, un elastómero de poliéster, un poliarilato amorfo, un policarbonato, una polietersulfona, un éter de poliarileno, una polieterimida, una poliamidaimida, una poliéter cetona, y una polieteréter cetona, y al menos un polímero (B) seleccionado del grupo que consiste en un poli (alcohol vinílico), un poli (etilenglicol), un derivado de celulosa y una poliacrilamida se disuelven en un disolvente orgánico y se mezcla juntos, provoca la separación de fases en dos fases de una fase de solución que tiene un componente (A1) y un componente (A2) como sus principales componentes y una fase de solución que tiene un componente (B) como su componente principal, después de que se forme una emulsión, dicho componente (A1) se precipita al poner en contacto un mal disolvente para dicho componente (A1) con dicha emulsión, en el que, cuando los parámetros de solubilidad de dicha poliamida (A1), dicho polímero (A2) y dicho polímero (B) se denominan δ_{A1} , δ_{A2} y δ_B , respectivamente, se satisfacen las relaciones $|\delta_{A1} - \delta_{A2}| \geq 0,1 [(J/cm^3)^{1/2}]$ y $|\delta_B - \delta_{A1}| \geq 1 [(J/cm^3)^{1/2}]$, y se satisface una relación de cualquiera $\delta > \delta_{A1} > \delta_{A2}$ o $\delta_B < \delta_{A1} < \delta_{A2}$.

15 [5] El método para producir partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con [4], en el que la poliamida (A1) tiene un punto de fusión o una temperatura de transición vítrea superior a 100 °C.

20 [6] El método para producir partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con [4] o [5], en el que dicho disolvente orgánico comprende al menos uno seleccionado del grupo que consiste en N-metil-2-pirrolidona, dimetilsulfóxido, N,N-dimetilformamida, N,N-dimetil acetamida y 1,3-dimetil-2-imidazolidinona.

25 Efectos ventajosos de la invención

Las partículas finas de material compuesto de poliamida de la presente invención que tiene una estructura de dispersión (en lo sucesivo, también denominada simplemente como partículas finas de polímero de material compuesto o partículas finas de polímero) son partículas finas en las que no se vean afectadas una resistencia a la fractura, resistencia al impacto, resistencia química excelentes, etc., intrínsecas a partículas finas de poliamida, que tienen varias propiedades y características tales como una alta resistencia a la fractura, resistencia al impacto y resistencia al calor que no se pueden conseguir por las partículas finas de polímero que comprenden un solo tipo de poliamida, y que tienen una distribución del tamaño de partícula estrecha y una alta esfericidad. Las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con la presente invención son adecuadas para varios usos industriales, tales como modificadores de resina epoxi, varios separadores, agentes de glaseado para pinturas, abrasivos, fijadores para pigmentos, lubricantes sólidos, deslizantes, y decapantes.

Breve descripción de los dibujos

40 [Fig. 1] La Fig. 1 es un diagrama de observación en el que de acuerdo con una forma de realización de la presente invención se observan partículas finas de material compuesto de poliamida utilizando un microscopio electrónico de barrido.

[Fig. 2] La Fig. 2 es un diagrama de observación en el que se observa una sección transversal de las partículas finas de material compuesto de poliamida de la Fig. 1 con un microscopio electrónico de transmisión.

45

Descripción de las formas de realización

A continuación se explicará la presente invención en detalle.

5 Las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con la presente invención son partículas finas de material compuesto de poliamida que comprenden una poliamida (A1) que tiene un punto de fusión o una temperatura de transición vítrea superior a 100 °C y un polímero (A2) diferente de la poliamida (A1), en el que el partículas finas de material compuesto de poliamida tienen una estructura de dispersión en la que se dispersan una pluralidad de dominios que tienen cada uno un diámetro de partícula de 0,05 a 100 µm cuyo principal componente es el polímero (A2) en una matriz que tiene a la poliamida (A1) como su componente principal, y las partículas finas de material compuesto de poliamida tienen un diámetro promedio de partícula de 0,1 a 500 µm y una esfericidad de 80 o superior.

15 En una forma de realización de la presente invención, la poliamida (A1) preferentemente es una poliamida que tiene una alta resistencia al calor y que tiene un punto de fusión o una temperatura de transición vítrea superior a 100 °C. El punto de fusión o la temperatura de transición vítrea preferentemente es de 120 °C o superior, más preferentemente de 140 °C o superior, más preferentemente de 160 °C o superior, en particular preferentemente de 180 °C o superior, y muy preferentemente de 200 °C o superior. Cuando se encuentra en este intervalo, las partículas finas de material compuesto de poliamida resisten la fusión a una temperatura elevada, y las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con esta forma de realización son adecuadas para los modificadores de resina epoxi, y similares.

20 En la presente invención, el punto de fusión o la temperatura de transición vítrea se miden como sigue.

<Punto de fusión>

25 El punto de fusión es una temperatura superior pico de un pico de fusión observado en la curva de DSC que se obtiene usando un calorímetro diferencial de barrido (DSC, por ejemplo, Robot DSC suministrado por Seiko Instruments Inc.) bajo atmósfera de nitrógeno, calentando a una velocidad de calentamiento de 20 °C/min desde 30 °C hasta una temperatura 30 °C superior al punto de fusión del polímero seguido del mantenimiento de la temperatura durante 1 minuto, el enfriamiento a una velocidad de enfriamiento de 20 °C/min a 0 °C, seguido del mantenimiento de la temperatura durante 1 minuto, y a continuación la medición de la curva de DSC mientras se calienta de nuevo a una velocidad de calentamiento de 20 °C/min.

30 Si el valor del calor de fusión es inferior a 1 J/g en la medición, el valor no se considera el punto de fusión, y como índice de resistencia al calor se utiliza un punto de transición vítrea medido por el método descrito más adelante.

35 Cuando la curva de DSC es una curva trazada por calorimetría diferencial de barrido en la que el eje vertical representa un diferencial entre las entradas de energía térmica aplicada a una muestra y un material convencional por unidad de tiempo, las entradas de energía térmica que se aplican respectivamente a la muestra y al material convencional para así igualar sus temperaturas, y el eje horizontal representa la temperatura.

<Temperatura de transición vítrea>

45 La temperatura de transición vítrea se determina basándose en la curva de DSC obtenida al segundo calentamiento descrito anteriormente en la medición de DSC, y se define como una temperatura de un punto de intersección en la que una línea recta equidistante de dos líneas basales extrapoladas del lado de alta temperatura y del lado de baja temperatura tal como se mide en la dirección de eje vertical se cruza con un segmento de la curva que muestra un cambio de etapa de transición vítrea.

50 En una forma de realización de la presente invención, la poliamida (A1) puede ser una poliamida obtenida mediante polimerización por condensación de cualquiera de una lactama que tiene un anillo de al menos tres miembros, un ácido aminocarboxílico que es polimerizable, un ácido diprótico en combinación con una diamina, una sal de un ácido diprótico y una diamina, y una mezcla de los mismos.

55 Se suministran ejemplos representativos de una poliamida tal como policaproamida (nailon 6), poli (adipamida de hexametileno) (nailon 66), poli (adipamida de pentametileno) (nailon 56), poli (sebacamida de tetrametileno) (nailon 410), poli (sebacamida de pentametileno) (nailon 510), poli (sebacamida de hexametileno) (nailon 610), poli (sebacamida de decametileno) (nailon 1010), poliundecanamida (nailon 11), polidodecanamida (nailon 12), poli (tereftalamida de pentametileno) (nailon 5T), poli (tereftalamida de hexametileno) (nailon 6T), poli (tereftalamida de decametileno) (nailon 10T), y un copolímero de 4,4'-diaminodieciclohexil metano y ácido decano dicarboxílico (tal como "TROGAMID" (marca registrada) CX7323, suministrada por Daicel-Evonik Ltd.), y como poliamidas amorfas, un copolímero de 3,3'-dimetil-4,4'-diaminodieciclohexil metano, ácido isoftálico, y ácido 12-aminododecanoico (como "Grilamid" (marca registrada) TR55, suministrado por EMS-CHEMIE (Japón) Ltd.), un copolímero de 3,3'-dimetil-4,4'-diaminodieciclohexil metano y ácido decano dicarboxílico (tal como "Grilamid" (marca registrada) TR90, suministrado por EMS-CHEMIE (Japón) Ltd.), y una mezcla de un copolímero de 3,3'-dimetil-4,4'-diaminodieciclohexil metano, ácido isoftálico, y ácido 12-amino dodecanoico y un copolímero de 3,3'-dimetil-4,4'-diaminodieciclohexil metano y

ácido decano dicarboxílico (tal como "Grilamid" (marca registrada) TR70LX, suministrado por EMS-CHEMIE (Japón) Ltd.).

Como la poliamida (A1) se pueden usar uno o más tipos de las poliamidas descritas anteriormente.

5 Estas poliamidas preferidas tienen excelentes propiedades térmicas y/o mecánicas. Las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con la presente invención usando las poliamidas como material tienen una distribución estrecha del tamaño de partícula y una excelente manejabilidad, y por lo tanto es posible obtener partículas finas de material compuesto de poliamida de alta calidad. Por otra parte, se prefieren dichas partículas finas desde el punto de vista de su utilidad cuando no se pueden aplicar a las partículas finas convencionales.

10 El polímero (A2) es diferente de un polímero seleccionado como la poliamida (A1) que se ha descrito anteriormente. El polímero (A2) en la presente invención significa un polímero, preferentemente un polímero sintético que no existe en la naturaleza, más preferentemente un polímero insoluble en agua. Los ejemplos representativos de polímero (A2) incluyen, por ejemplo, una resina termoplástica.

15 Las resinas termoplásticas representativas incluyen una poliamida distinta de las seleccionadas como poliamida (A1), un elastómero de poliamida, un poliéster, un elastómero de poliéster, un poliariolato amorfo, un éter de poliarioleno, un sulfuro de poliarioleno, una polisulfona, una poliéter sulfona, una poliéter cetona, una polieteréter cetona, un policarbonato, una poliimida, una poliamidaimida, una polieterimida, un poliuretano, un poliacetil, una silicona, y un copolímero de los mismos.

20 La "poliamida distinta de las seleccionadas como poliamida (A1)" significa cualquiera de poliamidas alifáticas, poliamidas alicíclicas y poliamidas aromáticas que se han descrito anteriormente como ejemplo de la poliamida (A1).

25 Ejemplos representativos del elastómero de poliamida incluyen un copolímero de bloque obtenido por copolimerización por condensación de bloques de poliamidas que tienen extremos terminales carboxilo reactivos y bloques de poliéter que tienen extremos terminales reactivos de poliéter (diol de poliéter) (El enlace entre un bloque de poliamida y un bloque de poliéter puede ser, por ejemplo, un enlace éster).

30 Como elastómero de poliamida, es posible utilizar un copolímero en bloque cuyo segmento duro contiene cualquier componente de poliamida de las poliamidas alifáticas, alicíclicas y aromáticas mostradas como poliamida (A1) descrita anteriormente y cuyo segmento blando contiene al menos un componente de éter de polialquilen poliol, en particular preferentemente un componente de éter de polialquilen diol, y preferentemente cualquiera de los componentes de poli (etilenglicol), poli (propilenglicol), poli (trimetilen glicol), poli (tetrametilen glicol) y una mezcla de los mismos.

35 Como elastómero de poliamida se puede usar cualquiera de los suministros disponibles en el mercado, y ejemplos representativos de tales materiales incluyen "Pebax (marca registrada)" serie 33, 13, 31 y 11 suministrado por Arkema, "VESTAMID (marca registrada)" serie E suministrado por Daicel-Evonik Ltd., y "UBESTA (marca registrada)" XPA suministrado por Ube Industries, Ltd.

40 Es posible mezclar el elastómero de poliamida con otros ingredientes, tales como pigmentos, dispersantes, antioxidantes, absorbentes de UV, estabilizadores UV, plastificantes y cargas inorgánicas (óxido de zinc, sulfato de bario, dióxido de titanio, etc.).

45 Los poliésteres representativos incluyen un polímero que tiene unidades de ácido carboxílico multivalente o su derivado formador de éster y unidades de alcohol multivalente o su derivado formador de éster como sus unidades de construcción, un polímero que tiene ácido hidroxicarboxílico o lactona como sus unidades de construcción, y un copolímero de los mismos.

50 Los ejemplos representativos de poliéster incluyen poli (tereftalato de etileno), poli (tereftalato de propileno), poli (tereftalato de butileno), poli (tereftalato de ciclohexano dimetileno), poli (tereftalato de hexileno), poli (naftalato de etileno), poli (naftalato de propileno), poli (naftalato de butileno), poli (isofталato de etileno/tereftalato), poli (isofталato/tereftalato de propileno), poli (isofталato/tereftalato de butileno), poli (tereftalato/naftalato de etileno), poli (tereftalato/naftalato de propileno), poli (tereftalato/naftalato de butileno), poli (tereftalato/decano dicarboxilato de butileno), poli (tereftalato de etileno/ciclohexano tereftalato de dimetileno), un poliéter-éster (por ejemplo, poli (tereftalato de etileno)/poli (etilenglicol), poli (tereftalato de propileno)/poli (etilenglicol), poli (tereftalato de butileno)/poli (etilenglicol), poli (tereftalato de etileno)/poli (tetrametilen glicol), poli (tereftalato de propileno)/poli (tetrametilen glicol), poli (tereftalato de butileno)/poli (tetrametilen glicol), poli (tereftalato/isofталato de etileno)/poli (tetrametilen glicol), poli (tereftalato/isofталato de propileno)/poli (tetrametilen glicol), y poli (tereftalato/isofталato de butileno)/poli (tetrametilen glicol)), poli (tereftalato/succinato de etileno), poli (tereftalato/succinato de propileno), poli (tereftalato/succinato de butileno), poli (tereftalato/adipato de etileno), poli (tereftalato/adipato de propileno), poli (tereftalato/adipato de butileno), poli (tereftalato/sebacato de etileno), poli (tereftalato/sebacato de propileno), poli (tereftalato/sebacato de butileno), poli (tereftalato/isofталato/adipato de etileno), poli (tereftalato/isofталato/adipato de propileno), poli (tereftalato/isofталato/succinato de butileno), poli (tereftalato/isofталato/adipato de butileno), poli

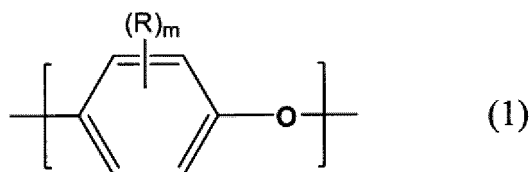
(tereftalato/isoftalato/sebacato de butileno), bisfenol A/ácido tereftálico, bisfenol A/ácido isoftálico, bisfenol A/ácido tereftálico/ácido isoftálico, poli (ácido glicólico), poli (ácido láctico), poli (ácido 3-hidroxibutírico), poli (ácido 3-hidroxivalérico), polibutirilactona, y policaprolactona.

5 Entre estos, se prefiere un éster de poliéter que es una resina termoplástica que tiene enlaces éter. Como ejemplo de dicho éster de poliéter, es posible utilizar lo que se denomina un elastómero de poliéster, por ejemplo, un polímero disponible en el mercado como "Hytrel (marca registrada)" suministrado por Du Pont-TORAY CO. LTD. y Du Pont Kabushiki Kaisha.

10 En particular, cuando se emplea un poliarilato amorfo como poliéster para su utilización en una forma de realización de la presente invención, desde el punto de vista de la solubilidad en el disolvente orgánico es posible producir partículas finas más convenientemente debido a la facilidad de seleccionar el disolvente orgánico, y es posible obtener partículas finas que tienen una excelente resistencia al calor. Como ejemplo de poliarilato amorfo, preferentemente se utilizan el bisfenol A/ácido tereftálico, bisfenol A/ácido isoftálico, bisfenol A/ácido tereftálico/ácido isoftálico, etc.

El éter de poliarileno es un polímero que consta de grupos arilo unidos con enlaces éter, y se ejemplifica por un polímero que tiene una estructura representada por la siguiente fórmula general (1).

[Quím. 1]

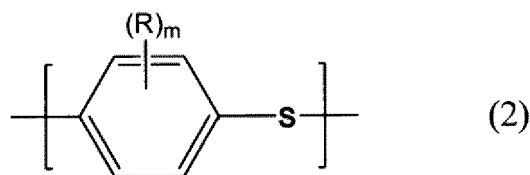


20 El anillo aromático en la fórmula puede o puede no contener el sustituyente R, y el número de sustituyentes, m, es no inferior a 1 y no superior a 4. Los sustituyentes preferidos son los siguientes: grupos de hidrocarburos saturados que tienen un número de carbonos de 1 a 6 tales como un grupo metilo, un grupo etilo y un grupo propilo; grupos de hidrocarburos insaturados tales como el grupo vinilo y el grupo alilo; grupos halógeno tales como un átomo de flúor, un átomo de cloro y un átomo de bromo; y otros grupos tales como un grupo amino, un grupo hidroxilo, un grupo tiol, un grupo carboxilo, y un grupo éster de hidrocarburo de carboxilo alifático.

Los éteres de poliarileno representativos incluyen poli (2,6-dimetil éter de fenileno).

30 El sulfuro de poliarileno es un polímero que consta de grupos arilo unidos con enlaces de sulfuro, y se ejemplifica por un polímero que tiene una estructura representada por la siguiente fórmula general (2).

[Quím. 2]

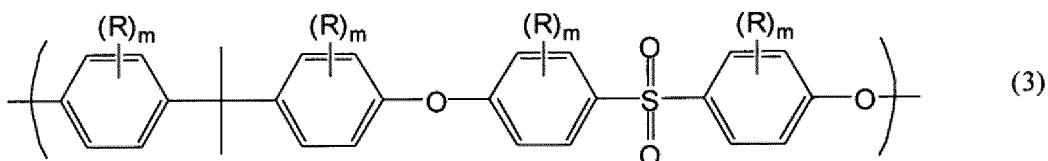


35 El anillo aromático en la fórmula puede o puede no contener el sustituyente R, y el número de sustituyentes, m, es no inferior a 1 y no superior a 4. Los sustituyentes representativos incluyen los siguientes: grupos hidrocarburo saturados tales como un grupo metilo, un grupo etilo y un grupo propilo; grupos de hidrocarburos insaturados tales como el grupo vinilo y el grupo alilo; grupos halógeno tales como un átomo de flúor, un átomo de cloro y un átomo de bromo; y otros tales como un grupo amino, un grupo hidroxilo, un grupo tiol, un grupo carboxilo, y un grupo éster de hidrocarburo carboxilo alifático. También es posible utilizar cualquier unidad de una unidad de meta-fenileno, una unidad de orto-fenileno, y un copolímero de los mismos en lugar de la unidad de sulfuro de para-fenileno en la fórmula general (2).

Los sulfuros de poliarileno representativos incluyen sulfuro de polifenileno.

45 Preferentemente, la polisulfona se ejemplifica por un polímero que tiene una estructura representada por la siguiente fórmula general (3).

[Quím. 3]

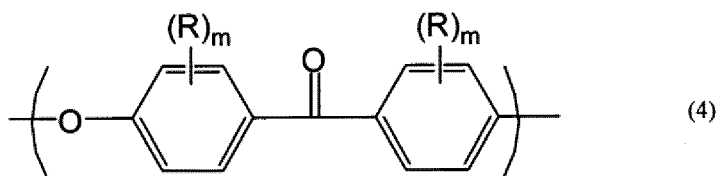


(en la fórmula, R representa un grupo alquilo que tiene un número de carbonos de 1 a 6 o un grupo arilo que tiene un número de carbonos de 6 a 8, y m representa un número entero de 0 a 4.)

5

La poliéter cetona es un polímero que tiene enlaces éter y grupos carbonilo. Más específicamente, las cetonas de poliéter preferidos incluyen un polímero que tiene una estructura representada por la siguiente fórmula general (4).

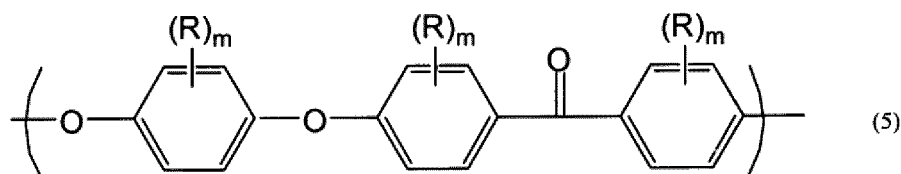
[Quím. 4]



10 (en la fórmula, R representa un grupo alquilo que tiene un número de carbonos de 1 a 6 o un grupo arilo que tiene un número de carbonos de 6 a 8, y m representa un número entero de 0 a 4.)

Se denomina polieteréter cetona a una poliéter cetona que tiene una estructura representada por la siguiente fórmula general (5).

[Quím. 5]

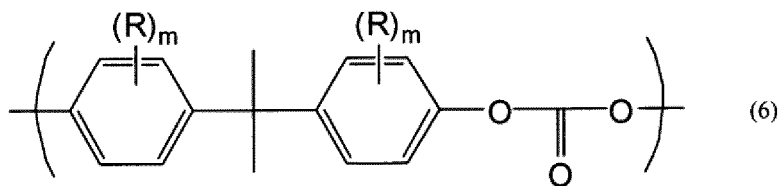


15

(en la fórmula, R representa un grupo alquilo que tiene un número de carbonos de 1 a 6 o un grupo arilo que tiene un número de carbonos de 0 a 4, y m representa un número entero de 0 a 4.)

20 El policarbonato es un polímero que tiene grupos carbonato, y policarbonatos preferidos incluyen un polímero que tiene una estructura representada por la siguiente fórmula general (6).

[Quím. 6]



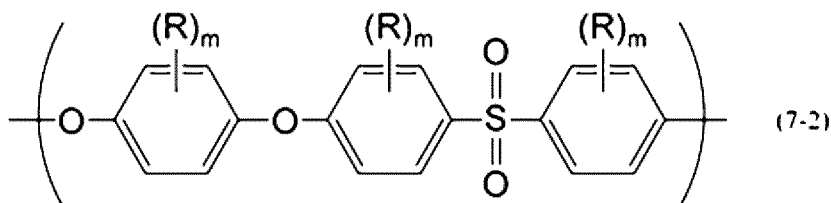
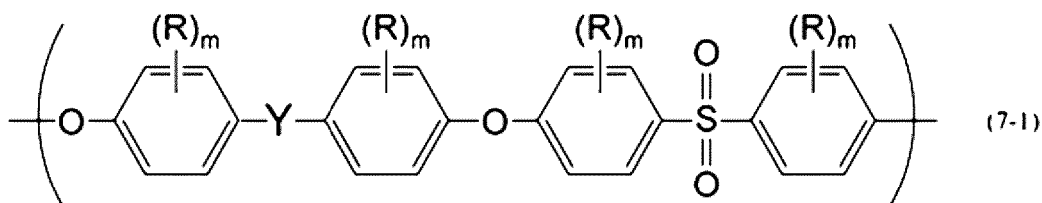
(en la fórmula, R representa un grupo alquilo que tiene un número de carbonos de 1 a 6 o un grupo arilo que tiene un número de carbonos de 6 a 12, y m representa un número entero de 0 a 4.)

25 Los policarbonatos representativos incluyen un polímero obtenido por polimerización por condensación de bisfenol A unido por enlaces éter carbonato, un polímero obtenido por polimerización por condensación de naftalenodiol unido por enlaces éter carbonato, un polímero obtenido por polimerización por condensación de diol sulfuro de difenileno

unido por enlaces éter carbonato, un polímero obtenido por polimerización por condensación de diol disulfuro de difenileno unido por enlaces éter carbonato, etc. También es posible utilizar un polímero obtenido por copolimerización de policarbonato y cualquiera de los poliésteres descritos anteriormente.

- 5 La polietersulfona es un polímero que tiene una estructura representada por la siguiente fórmula general (7-1) y/o la fórmula general (7-2).

[Quím. 7]



- 10 (en la fórmula, cada R pueden ser iguales o diferentes entre sí y representa uno cualquiera seleccionado entre un grupo alquilo que tiene un número de carbonos de 1 a 6 y un grupo arilo que tiene un número de carbonos de 6 a 8, y M representa un número entero de 0 a 3. y representa uno cualquiera seleccionado entre oxígeno, azufre, SO₂, CO, C(CH₃)₂, CH(CH₃), y (CH₂).

- 15 La poliamida es un polímero que tiene enlaces imida. En este sistema, las preferidas son poliimidas termoplásticas, tales como un polímero de condensación de dianhídrido 1,2,4,5-benceno tetracarboxílico y 4,4'-bis (3-aminofeniloxi) bifenilo, y un polímero de condensación de dianhídrido 4,4'-bifeniltetracarboxílico y 1,3-bis (4-aminofeniloxi) benceno.

La poliamidaimida es un polímero que tiene enlaces imida y enlaces amida.

- 20 La polieterimida es un polímero que tiene enlaces éter y enlaces imida en la molécula, y se ejemplifica por un polímero obtenido por condensación de dianhídrido 4,4'-[isopropilideno bis (p-fenilenoxi)] diftálico y m-fenilendiamina.

- 25 El polímero a base de vinilo es un polímero obtenido mediante la homopolimerización o copolimerización de monómeros a base de vinilo. Dicho polímero a base de vinilo puede ser cualquiera de un copolímero de injerto que contienen caucho obtenido por copolimerización de injerto de cualquiera de los monómeros a base de vinilo (incluyendo monómeros seleccionados entre monómeros a base de vinilo aromático tales como estireno, monómeros a base de cianuro de vinilo, y otros monómeros a base de vinilo) o una mezcla de los mismos, y un polímero a base de vinilo que contiene un polímero de tipo caucho, tal como una composición del copolímero de injerto que contiene caucho y un polímero a base de vinilo.

- 30 En una forma de realización de la presente invención, se prefiere que el polímero (A2) sea un polímero que puede mejorar al menos una propiedad o característica de la poliamida (A1). Además, debido a que es un polímero que es mucho mejor en cuanto a las propiedades mecánicas tales como la resistencia a la fractura y la resistencia al impacto en comparación con la poliamida (A1) y que es excelente en sus propiedades térmicas debido a su punto de fusión o punto de transición vítrea más alto que el de la poliamida (A1), se prefiere un polímero seleccionado del grupo que consiste en una poliamida distinta de la poliamida (A1), un elastómero de poliamida, un poliéster, un elastómero de poliéster, un poliarilato amorfo, un policarbonato, una polietersulfona, un éter de poliarileno, una polieterimida, una poliamidaimida, una poliéter cetona, y una polieteréter cetona.

- 40 Aunque la gama de propiedades y características mejoradas por una combinación de (A1) y (A2) no está restringida particularmente, son adecuados una poliamida, un elastómero de poliamida, un poliéster y un elastómero de poliéster para mejorar las propiedades mecánicas de la poliamida (A1). Además, son particularmente adecuados un poliarilato amorfo, un policarbonato, una polietersulfona, un éter de poliarileno, una polieterimida, una poliamidaimida, una poliéter cetona y una polieteréter cetona para mejorar la resistencia al calor de la poliamida (A1). En particular, desde el punto de vista del equilibrio entre las características mejoradas, los preferidos son un elastómero de poliamida, un elastómero de poliéster, un policarbonato y un éter de polifenileno, son más preferidos un elastómero de poliamida y un elastómero de poliéster, y es particularmente preferido un elastómero de poliamida.

Un polímero de este tipo es una forma de realización adecuada para la consecución de un objetivo de la presente invención.

Como polímero (A2) descrito anteriormente se pueden usar uno o más tipos de polímeros.

5 Cada uno de los pesos moleculares de la poliamida (A1) y el polímero (A2) preferentemente se encuentra en un intervalo de 1000 a 10.000.000 en términos de peso molecular promedio en peso. El límite superior es más preferentemente de 1.000.000 o inferior, más preferentemente 500.000 o inferior, y en particular preferentemente 100.000 o inferior. El límite inferior es más preferentemente de 1000 o superior, más preferentemente de 5000 o superior, y en particular preferentemente de 10.000 o superior. Cuando se encuentra en dicho intervalo, es posible formar fácilmente partículas finas.

15 El peso molecular promedio en peso al que se hace referencia en el presente documento es el valor del peso molecular promedio en peso medido por cromatografía de permeación en gel (GPC), utilizando dimetilformamida como disolvente y se convierte en términos de poliestireno.

20 Se utiliza tetrahidrofurano si la dimetilformamida no sirve para la medición, y si todavía es imposible la medición, se utiliza hexafluoroisopropanol. Si todavía es imposible hacer mediciones con hexafluoroisopropanol, para la medición se utiliza 2-cloronaftaleno.

25 En una forma de realización de la presente invención, dado que un punto principal de la presente invención es que las partículas finas precipiten cuando se ponen en contacto con un mal disolvente, la poliamida (A1) y el polímero (A2) preferentemente son polímeros que se no se pueden disolver en el mal disolvente, más preferentemente polímeros que no se pueden disolver en el mal disolvente descritos más adelante, y en particular preferentemente polímeros insolubles en agua.

El polímero insoluble en agua significa un polímero que tiene una solubilidad en agua del 1 % en masa o inferior, preferentemente del 0,5 % en masa o inferior, más preferentemente del 0,1 % en masa o inferior.

30 Las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con una forma de realización de la presente invención tienen lo que se denomina una estructura mar-isla, es decir, una estructura de dispersión en la que se dispersan una pluralidad de dominios similares a las partículas cuyo componente principal es un polímero (A2) diferente de la poliamida (A1) en una matriz cuyo componente principal es la poliamida (A1).

35 La forma "similar a una partícula" incluye una forma esférica, una forma elíptica, una forma de eritrocito, una forma de una sustancia granulada en la que se coagulan las partículas esféricas o elípticas, una forma triturada indefinida, y una forma de una sustancia granulada de las mismas.

40 Además, el dominio debe existir al menos dentro de una partícula fina de material compuesto de poliamida, y, además, también puede existir en la superficie de la partícula.

45 La existencia de la estructura de dispersión se puede confirmar incorporando partículas finas de polímero en una resina epoxi para microscopía electrónica, el curado de la resina, y a continuación, la preparación de una muestra mediante la técnica de sección congelada con un espesor de 0,1 μm , y la observación entonces de secciones transversales de las partículas usando un microscopio electrónico de transmisión (por ejemplo, H-7100, suministrado por Hitachi, Ltd.).

50 En la etapa de la observación de una estructura de fase por un microscopio electrónico, es posible realizar un tratamiento preliminar utilizando cualquiera de los diversos colorantes conocidos con el fin de observar claramente una estructura de fase.

55 Desde el punto de vista de proporcionar mejoras en la resistencia a la fractura y resistencia al impacto causadas por la estructura mar-isla, el diámetro promedio de partícula de los dominios descritos anteriormente preferentemente es de 100 μm o inferior, más preferentemente de 50 μm o inferior, más preferentemente de 10 μm o inferior, aún más preferentemente de 5 μm o inferior, y en particular preferentemente de 1 μm o inferior. Además, el límite inferior preferentemente es de 0,05 μm . Si el diámetro promedio de partícula de los dominios no está en el intervalo descrito anteriormente, existe el temor de que las mejoras de las características descritas anteriormente puedan ser pequeñas o no se puedan obtener.

60 El diámetro promedio de partícula de los dominios preferentemente es 1/3 o inferior en relación con el diámetro de partícula de las partículas finas de poliamida de material compuesto, más preferentemente 1/4 o inferior, aún más preferentemente 1/5 o inferior, aún más preferentemente 1/8 o inferior, y en particular preferentemente 1/10 o inferior.

65 En una forma de realización de la presente invención, es posible utilizar cualquiera de los diversos agentes de compatibilización conocidos con el fin de controlar el diámetro promedio de partícula de los dominios.

Ejemplos representativos de agentes de compatibilización incluyen un copolímero de bloque, un copolímero de injerto y un copolímero al azar que se usa preferentemente para reducir la energía libre de una interfaz entre las fases de fases separadas y facilitar el control del diámetro promedio de partícula de los dominios y la distancia entre dominios en la estructura de dispersión.

5 El diámetro promedio de partícula de los dominios se calcula como sigue.

<Diámetro promedio de partícula de los dominios>

10 De una manera como se ha descrito anteriormente, después de la incorporación de partículas finas de polímero en una resina epoxi para microscopía electrónica y el curado de la misma, se prepara una muestra mediante la técnica de sección congelada con un espesor de 0,1 μm, y a continuación las secciones transversales de las partículas se observan con un microscopio electrónico de transmisión (por ejemplo, H-7100, suministrado por Hitachi, Ltd.). A continuación se miden las áreas de sección transversal de 50 dominios seleccionados al azar de la fotografía obtenida del microscopio electrónico de transmisión. El diámetro promedio de partícula de los dominios se define como un promedio de los diámetros de los círculos verdaderos obtenidos de acuerdo con la siguiente ecuación de conversión mediante la conversión de cada uno de los 50 dominios a un círculo verdadero que tiene un área equivalente a la del dominio correspondiente. Si existen menos de 50 dominios en una sola partícula, la medición se lleva a cabo seleccionando 50 dominios al azar a partir de fotografías de sección transversal de dos o más partículas.

[Mat. 1]

$$D_{dominio} = \frac{\sum_{i=1}^n \sqrt{4S_i / \pi}}{n}$$

En la ecuación, $D_{dominio}$ representa el diámetro promedio de partícula de los dominios, S_i representa el área de la sección transversal de cada dominio, y n representa el número de mediciones (50).

25 En el caso en que es difícil realizar una medición de acuerdo con el método descrito anteriormente, el diámetro promedio de partícula de los dominios se puede medir disolviendo una muestra en un disolvente en el que se disuelve únicamente la poliamida (A1) como una matriz, realizando centrifugación y separación sólido-líquido, la recogida de las partículas del dominio, y a continuación midiendo su diámetro promedio de partícula con un analizador del tamaño de partículas de dispersión de luz dinámica o un analizador del tamaño de partículas por difracción láser. El diámetro promedio de las partículas al que se alude en el presente documento es el diámetro promedio de partícula en volumen.

35 En la presente invención, la descripción "se dispersan una pluralidad de dominios" no incluye lo que se denomina una estructura de núcleo-corteza, es decir, una estructura en la que existe un único dominio en una sola partícula fina de poliamida de material compuesto. Además, a pesar de que hay una pluralidad de dominios en una partícula, se considera que una estructura de dispersión en la que un diámetro de un dominio es de 20 o más veces mayor que el de otro dominio es sustancialmente igual a una estructura de núcleo-corteza, por lo tanto, el alcance de la presente invención no incluye una estructura de este tipo.

40 El número de dominios en una sola partícula fina de material compuesto de poliamida es de al menos 2 o superior, preferentemente de 5 o superior, más preferentemente de 10 o superior, más preferentemente de 20 o superior, aún más preferentemente de 50 o superior, en particular preferentemente de 100 o superior, y muy preferentemente de 150 o superior. Además, el límite superior no está limitado en particular siempre que las propiedades intrínsecas y las características de la poliamida (A1), tales como resistencia a la fractura, la resistencia al calor y la resistencia a los disolventes no se vean afectadas.

45 El número de dominios descrito anteriormente se aproxima midiendo el diámetro promedio de partícula de las partículas finas de material compuesto de poliamida, el contenido del polímero (A2) en las partículas finas y el diámetro promedio de partícula de los dominios, y posteriormente la utilización de la siguiente ecuación.

[Mat. 2]

$$N_{dominio} = \frac{3V_p \times v_d}{4\pi(D_d/2)^3}$$

en la que,

$$V_p = (4/3)\pi(D_p/2)^3$$

5 En las ecuaciones, $N_{dominio}$ representa el número de dominios, V_p representa el volumen medio de las partículas finas de material compuesto de poliamida, D_p representa el diámetro promedio de partícula de las partículas finas de material compuesto de poliamida, v_d representa la fracción de volumen del polímero (A2) en una partícula, y D_d representa el diámetro promedio de partícula de los dominios.

10 El contenido del polímero (A2) en partículas finas de material compuesto de poliamida por lo general es del 50 % en volumen o inferior de partículas finas de polímero, y preferentemente del 40 % en volumen o inferior puesto que dentro de dicho intervalo la poliamida (A1) y el polímero (A2) proporcionan sus propiedades y características de forma efectiva. El valor más preferentemente es del 35 % en volumen o inferior, y aún más preferentemente del 30 % en volumen o inferior. Además, el límite inferior preferentemente es del 0,1 % en volumen o superior, más preferentemente del 1 % en volumen o superior, más preferentemente del 5 % en volumen o superior, y en particular preferentemente del 10 % en volumen o superior. Si es inferior al 0,1 % en volumen, existe la posibilidad de que no se puedan obtener las mejoras en las propiedades y características de la poliamida (A1) que ofrece la estructura de dispersión.

20 El contenido del polímero (A2) en la descripción anterior se puede obtener como sigue.

25 El contenido del polímero (A2) se puede aproximar midiendo las áreas de porciones de matriz y porciones de dominio de la fotografía de la sección transversal mencionada anteriormente de las partículas, y la conversión de la relación de las áreas a una relación en volumen.

Además, también se puede obtener el contenido del polímero (A2) extrayendo un componente soluble a partir de partículas finas de polímero usando un disolvente capaz de disolver la poliamida (A1) o el polímero (A2), y a continuación pesando el residuo.

30 Además, el contenido del polímero (A2) también se puede obtener realizando la medición por RMN 1H (suministrado por JEOL Ltd., JNM-AL400) de las partículas finas de polímero obtenido usando dimetilformamida deuterada, y a continuación determinando la relación de la composición de la poliamida (A1) y el polímero (A2).

35 Se utiliza tetrahidrofurano deuterado si para la medición el hexafluoroisopropanol deuterado no sirve y se utiliza hexafluoroisopropanol deuterado si todavía es imposible la medición. Si todavía es imposible hacer mediciones con hexafluoroisopropanol deuterado, para la medición se utiliza ácido fórmico deuterado.

40 Además, en el caso en el que la poliamida (A1) y el polímero (A2) muestran diferentes picos de fusión en la medición de DSC, se puede obtener el contenido del polímero (A2) por el método de la curva de calibración usando DSC. Para ser más específicos, el método incluye las etapas de: primero, la preparación de varias muestras en las que la poliamida (A1) y el polímero (A2) se mezclan en diferentes proporciones y la preparación de una curva de calibración basada en una relación de relaciones de área entre las áreas de los picos de fusión de la poliamida (A1) y el polímero (A2) en las curvas de DSC obtenidas midiendo las muestras usando DSC; a continuación, realizar una medición de DSC de las partículas finas de material compuesto de poliamida y obtener el contenido del polímero (A2) a partir de una relación de área entre los picos correspondientes a los picos de fusión de la poliamida (A1) y el polímero (A2), respectivamente.

50 En una forma de realización de la presente invención, el diámetro promedio de partícula de las partículas finas de polímero de material compuesto preferentemente se encuentra en un intervalo de 0,1 a 500 μm desde el punto de vista de impartir resistencia a la fractura y resistencia al impacto cuando se añaden las partículas finas de polímero de material compuesto de resina de epoxi, etc. El límite superior preferentemente es de 250 μm o inferior, más preferentemente de 100 μm o inferior, y en particular preferentemente de 50 μm o inferior. El límite inferior preferentemente es de 0,1 μm o superior, aún más preferentemente de 0,5 μm o superior, en particular preferentemente de 1 μm o superior, y muy preferentemente superior a 1 μm . Cuando se encuentra en dicho

intervalo, se puede alcanzar el efecto como modificador de manera suficiente.

5 Según la presente invención, es posible producir partículas finas que tienen un índice de distribución del tamaño de partícula de 3,0 o inferior, preferentemente de 2,0 o inferior, más preferentemente de 1,5 o inferior, en particular preferentemente de 1,2 o inferior, y lo más preferentemente de 1,1 o inferior. El límite inferior preferido es de 1,0.

10 El diámetro promedio de partícula de las partículas finas de polímero de material compuesto se puede determinar midiendo diámetros de 100 partículas seleccionadas al azar a partir de una fotografía de microscopio electrónico de barrido y calculando la media aritmética de los mismos.

15 En la fotografía, en el caso en el que una partícula no es un círculo perfecto, es decir, en tal caso, en el caso en el que la partícula tiene una forma de tipo elipse, se emplea el diámetro más largo de la partícula como su diámetro de partícula. Con el fin de medir con precisión el diámetro de partícula, la medición del diámetro de partícula se lleva a cabo después de la ampliación de la fotografía con un aumento de al menos 1000 veces o superior, preferentemente de 5000 veces o superior.

El índice de distribución del tamaño de partícula se calcula a partir del diámetro de cada partícula medido anteriormente de acuerdo con la siguiente ecuación de conversión.

[Mat. 3]

$$Dn = \sum_{i=1}^n Di / n$$

$$Dv = \sum_{i=1}^n Di^4 / \sum_{i=1}^n Di^3$$

$$PDI = Dv / Dn$$

20 En la ecuación, Di representa el diámetro de cada partícula, n representa el número de mediciones (100), Dn representa el diámetro promedio de partícula en número, Dv representa el diámetro promedio de partícula en volumen, y PDI representa el índice de distribución del tamaño de partícula.

25 La esfericidad se puede determinar midiendo el diámetro más largo y el diámetro más corto de 30 partículas seleccionadas al azar durante la observación de las partículas descritas anteriormente usando un microscopio electrónico de barrido, y a continuación, calculando el valor de acuerdo con la siguiente ecuación.

[Mat. 4]

$$S = \frac{\sum_{i=1}^n (D_{Si} / D_{Li})}{n} \times 100$$

En la ecuación, S representa la esfericidad, D_{Si} representa el diámetro más corto, D_{Li} representa el diámetro más largo, y n representa el número de mediciones (30).

Se prefiere que las partículas finas de polímero de material compuesto de acuerdo con una forma de realización de la presente invención tengan forma de esfera, debido a que tales partículas finas muestran un alto grado de isotropía en las propiedades mecánicas cuando se utilizan como aditivo.

5 En una forma de realización de la presente invención, la esfericidad de las partículas finas de polímero preferentemente es de 80 o superior, más preferentemente de 85 o superior, más preferentemente de 90 o superior, en particular preferentemente de 92 o superior, y más preferentemente de 95 o superior. Cuando la esfericidad es inferior a 80, puede verse afectada no solo la isotropía descrita anteriormente, sino también la capacidad de llenado; por lo tanto, no se prefiere un intervalo de ese tipo. El límite superior es 100.

10 El valor mínimo (del diámetro más corto/diámetro más largo) de una partícula individual que se muestra en la ecuación descrita anteriormente preferentemente es de 0,7 o superior, más preferentemente de 0,75 o superior, más preferentemente de 0,8 o superior, y en particular preferentemente de 0,85 o superior. Cuando el valor mínimo es inferior a 0,7, no se prefiere desde el punto de vista de la uniformidad de todo el material. El límite superior es 1.

15 El método para producir las partículas finas de polímero de material compuesto de acuerdo con una forma de realización de la presente invención no está limitado en particular. Sin embargo, el método más preferido es un método en el que, en un sistema que, cuando se disuelven en un disolvente orgánico una poliamida (A1), un polímero (A2) diferente de la poliamida (A1) y un polímero (B) y se mezclan juntos, provoca la separación de fases en dos fases de una fase de solución que tiene un componente (A1) y un componente (A2) como sus componentes principales (en lo sucesivo, también conocida como "la fase de solución que contiene A1 y A2") y una fase de solución que tiene un componente (B) como su componente principal (en lo sucesivo, también conocida como "la fase de solución que contiene B"), después de que se forme una emulsión, el componente (A1) se precipita poniendo en contacto un mal disolvente para el componente (A1) con la emulsión.

20 En la descripción anterior, el "sistema que, se disuelven cuando se disuelven en un disolvente orgánico una poliamida (A1), un polímero (A2) diferente de la poliamida (A1) y un polímero (B) y se mezclan juntos, provoca la separación de fases en dos fases de una fase de solución que tiene un componente (A1) y un componente (A2) como sus componentes principales y una fase de solución que tiene un componente (B) como su componente principal "es un sistema que provoca la separación de fases en dos fases de una fase de solución cuyos componentes principales son el componente (A1) y el componente (A2) del componente (A1), el componente (A2) y el componente (B) (la fase de solución que contiene A1 y A2) y una fase de solución, cuyo componente principal es el componente (B) (la fase de solución que contiene B) cuando la poliamida (A1), el polímero (A2) y el polímero (B) se mezclan juntos en el disolvente orgánico.

25 El uso de un sistema de este tipo que provoca la separación de fases hace que sea posible formar una emulsión realizando la mezcla en condiciones de separación de fases, lo que provoca la emulsificación.

30 En la descripción anterior, el hecho de que se produzca o no la disolución del polímero se confirma mediante la determinación de si el polímero se disuelve en el disolvente orgánico hasta más del 1 % en masa a una temperatura a la que se lleva a cabo la presente invención, es decir, a una temperatura a la que se disuelven la poliamida (A1), el polímero (A2) y el polímero (B) y se mezclan para formar dos fases separadas.

35 En esta emulsión, la fase de solución que contiene A1 y A2 actúa como fase dispersa y la fase de solución que contiene B actúa como fase continua. Al poner en contacto el mal disolvente para el componente (A) con esta emulsión, la poliamida (A1) o la poliamida (A1) y el polímero (A2) precipitan en la fase de solución que contiene A1 y A2 en la emulsión, obteniendo de este modo partículas finas de polímero de material compuesto que tienen una estructura de dispersión en la que se dispersan una pluralidad de dominios cuyo principal componente es el polímero (A2) en una matriz cuyo componente principal es la poliamida (A1).

40 Parece que la formación de la estructura de dispersión descrita anteriormente está provocada por cualquiera de los siguientes factores: en primer lugar, porque la fase de solución que contiene A1 + A2 como fase dispersa ya ha estado en un estado en el que se dispersa el polímero (A2) en fase de solución en la poliamida (A1) en fase de solución en el momento de formación de la emulsión, la poliamida (A1) sola o la poliamida (A1) y el polímero (A2) se precipitan en una etapa posterior y, a continuación, la estructura se fija como está; en segundo lugar, la fase de solución que contiene A1 + A2 como fase dispersa es una fase de solución en la que la poliamida (A1) y el polímero (A2) se mezclan homogéneamente en el momento de la formación de la emulsión, por lo tanto la poliamida (A1) y el polímero (A2) provocan la separación de fases en una de las etapas subsiguientes formando además una estructura de dispersión en fase dispersa.

45 En cualquiera de las situaciones que se ha descrito anteriormente, en el caso en el que solamente se precipita la poliamida (A1), se obtiene una estructura de dispersión en la que la fase de solución que contiene el polímero (A2) se dispersa en una matriz de poliamida (A1), y eliminando el disolvente en una etapa posterior, es posible obtener partículas finas de material compuesto de poliamida que tienen la estructura de dispersión descrita anteriormente.

50 Además, con el fin de permitir que las partículas finas de polímero compuesto contengan uno o más de diversos

aditivos, es posible llevar a cabo cualquiera de los métodos siguientes, tal como un método de mezcla del aditivo descrito anteriormente, ya sea con la poliamida (A1) o el polímero (A2) por adelantado y a continuación disolviéndolo en un disolvente orgánico, un método de mezcla del aditivo cuando la disolución de una materia prima de polímero en un disolvente orgánico, y un método de disolución de una materia prima de polímero en una solución en la que el aditivo se dispersa en un disolvente orgánico.

En un método para producir partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con una forma de realización de la presente invención, se utilizan la poliamida (A1), el polímero (A2), el polímero (B), el disolvente orgánico para disolverlos, y un mal disolvente para la poliamida (A1). La combinación no está limitada en particular, siempre y cuando se puedan obtener las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con una forma de realización de la presente invención. Sin embargo, en la presente invención, la poliamida (A1) es una poliamida en la que el punto de fusión descrito anteriormente o la temperatura de transición vítrea son superiores a 100 °C.

Como polímero (B), se prefiere un polímero que tiene una alta afinidad con un mal disolvente que se describe más adelante, y el índice de afinidad se puede determinar por la solubilidad en agua. Con respecto a la solubilidad en agua del polímero (B), cuando la solubilidad de 1 g por 100 g de agua a 25 °C se define como 1 (g/100 g), preferentemente es 1 (g/100 g) o superior, más preferentemente de 2 (g/100 g) o superior, más preferentemente de 5 (g/100 g) o superior, en particular preferentemente de 10 (g/100 g) o superior, y muy preferentemente de 15 (g/100 g) o superior. Si está dentro de este intervalo, la afinidad con el mal disolvente descrito más adelante es alta, y funciona de manera ventajosa en el método para producir partículas finas de polímero de acuerdo con la presente invención.

Como tipo de polímero del polímero (B), para ser más específicos, se prefiere un polímero que tiene cualquiera de un grupo hidroxilo, un grupo éter, un grupo amida y un grupo carboxilo.

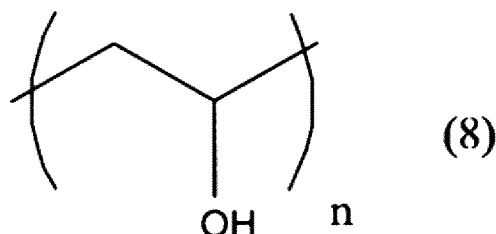
Como ejemplo de polímero (B), los ejemplos representativos del polímero que tienen un grupo hidroxilo en su estructura molecular incluyen grupos (tales como un poli (alcohol vinílico) completamente saponificado o parcialmente saponificado, grupos de copolímeros de poli (alcohol vinílico-etileno) tales como un copolímero de poli (alcohol vinílico-etileno) completamente saponificado o parcialmente saponificado); poli (para-vinil fenol); disacáridos tales como maltosa, celobiosa, lactosa, y sacarosa; celulosas y derivados de las mismas (tales como hidroxialquil celulosa (hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa, etilhidroxietilcelulosa, etc.), celulosa, metil celulosa, etil celulosa, carboximetilcelulosa, carboximetil celulosa, sal de sodio de carboximetil celulosa, éster de celulosa, quitosano, etc.); polisacáridos y derivados de los mismos tales como amilasa y sus derivados, almidón y derivados de los mismos, dextrina, ciclodextrina, y alginato de sodio y derivados de los mismos; y otros tales como gelatina, caseína, colágeno, albúmina, fibroína, queratina, fibrina, carragenano, sulfato de condroitina, goma arábiga, agar, y proteínas. Los ejemplos representativos de polímero que tienen un grupo éter en su estructura molecular incluyen poli (alquilenglicol), éster de ácido graso de sacarosa, poli (éster de ácido graso de oxietileno), poli (éster de ácido graso de oxietileno láurico), poli (éster de ácido mono-graso de oxietilenglicol), poli (alquil fenil éter de oxietileno), poli (éter de oxialquilo), poli (éter de vinilo), poli (vinil formal), etc. Los ejemplos representativos del polímero que tienen un grupo amida en su estructura molecular incluyen polivinilpirrolidona, aminopoliacrilamida, poliácridamida, polimetacrilamida, nailon soluble en agua tal como AQ nailon (A-90, P-70, P-95, T-70; suministrado por Toray Industries, Inc.). Los ejemplos representativos del polímero que tienen un grupo carboxilo en su estructura molecular incluyen poli (ácido acrílico), poli (acrilato de sodio), poli (ácido metacrílico), y poli (metacrilato de sodio). Como otros, ejemplos representativos incluyen resinas sintéticas tales como poli (ácido estirenosulfónico), poli (sal sódica del ácido estirenosulfónico), poli (cloruro de vinilpirrolidinio), poli (estireno-ácido maleico), poli (alil amina), poli (oxietilen amina), polivinilpiridina, poliaminosulfona, y poli (etilenimina).

Los preferidos son grupos poli (alcohol vinílico) (tales como un poli (alcohol vinílico) completamente saponificado o parcialmente saponificado, o grupos de copolímeros de poli (alcohol vinílico-etileno) tales como un copolímero de poli (alcohol vinílico-etileno) completamente saponificado o parcialmente saponificado), derivados de celulosa (tales como carboximetilcelulosa, hidroxialquil celulosa (hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa, etilhidroxietil celulosa), metil celulosa, etil celulosa, carboximetilcelulosa, carboximetil celulosa, sal de sodio de carboximetil celulosa, éster de celulosa, etc.), poli (alquilenglicol), éster de ácido graso de sacarosa, poli (alquil fenil éter de oxietileno), poli (éter de oxialquilo), polivinil pirrolidona, nailon soluble en agua, poli (ácido acrílico), y poli (ácido metacrílico). Son más preferidos los grupos poli (alcohol vinílico) (tales como un poli (alcohol vinílico) completamente saponificado o parcialmente saponificado, o grupos de copolímeros de poli (alcohol vinílico-etileno) tales como un copolímero de poli (alcohol vinílico-etileno) completamente saponificado o parcialmente saponificado), derivados de celulosa (tales como carboximetilcelulosa, hidroxialquilcelulosa (hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa, etilhidroxietil celulosa), metil celulosa, etil celulosa, carboximetilcelulosa, carboximetil celulosa, carboximetil celulosa sódica, éster de celulosa, etc.), poli (alquilenglicol), polivinilpirrolidona, nailon soluble en agua, y poli (ácido acrílico). Son particularmente preferidos los grupos poli (alcohol vinílico) tal como un poli (alcohol vinílico) completamente saponificado o parcialmente saponificado, hidroxialquilcelulosa, tales como hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa, etc., poli (alquilenglicol), polivinilpirrolidona, nailon soluble en agua, y poli (ácido acrílico).

En una forma de realización de la presente invención, es extremadamente preferido utilizar los grupos poli (alcohol

vinílico) como polímero (B). Más específicamente, el grupo poli (alcohol vinílico) significa un polímero que tiene una estructura de fórmula general (8) en su molécula.

[Quím. 8]



5 A pesar de que puede ser cualquiera de un poli (alcohol vinílico) (tal como un poli (alcohol vinílico) completamente saponificado o parcialmente saponificado), también se puede denominar simplemente como poli (alcohol vinílico) y copolímero de (tal como un copolímero de poli (alcohol vinílico-etileno) completamente saponificado o parcialmente saponificado), desde el punto de vista de la solubilidad se prefiere un poli (alcohol vinílico).

10 El peso molecular del polímero (B) preferentemente está en un intervalo de 1000 a 10.000.000 en términos de peso molecular promedio en peso. El límite superior es más preferentemente de 1.000.000 o inferior, más preferentemente de 500.000 o inferior, y en particular preferentemente de 100.000. El límite inferior es más preferentemente de 1000 o superior, más preferentemente de 5000 o superior, y en particular preferentemente de 10.000 o superior. Cuando se encuentra dentro de dicho intervalo, es posible para producir fácilmente las partículas finas de polímero de material compuesto.

15 El peso molecular medio ponderado al que se hace referencia en el presente documento es un valor de peso molecular promedio en peso medido por cromatografía de permeación en gel (GPC), utilizando agua como disolvente y convertido en términos de poli (etilenglicol).

20 Se utiliza dimetilformamida si el agua no sirve para la medición, y se utiliza tetrahidrofurano si todavía es imposible la medición. Si todavía es imposible hacer mediciones con tetrahidrofurano, para la medición se utiliza hexafluoroisopropanol.

25 El disolvente orgánico para disolver la poliamida (A1), el polímero (A2) y el polímero (B) es un disolvente orgánico capaz de disolver la poliamida (A1), el polímero (A2) y el polímero (B) que se utilizan, y se selecciona dependiendo de los tipos de estos polímeros.

30 Los disolventes orgánicos representativos incluyen los siguientes: disolventes a base de hidrocarburos alifáticos tales como pentano, hexano, heptano, octano, nonano, n-decano, n-dodecano, n-tridecano, ciclohexano y ciclopentano; disolventes a base de hidrocarburos aromáticos tales como benceno, tolueno y xileno; disolventes a base de éster tales como acetato de etilo y acetato de metilo; disolventes de hidrocarburos halogenados tales como cloroformo, bromoformo, cloruro de metileno, 1,2-dicloroetano, 1,1,1-tricloroetano, clorobenceno y 2,6-diclorotolueno; disolventes a base de cetonas, tales como acetona, metil etil cetona, metil isobutil cetona y metil butil cetona; disolventes a base de alcohol tales como metanol, etanol, 1-propanol y 2-propanol; disolventes polares apróticos tales como N-metil-2-pirrolidona, dimetilsulfóxido, N,N-dimetilformamida, N,N-dimetil acetamida, carbonato de propileno, fosfato de trimetilo, 1,3-dimetil-2-imidazolidinona y sulfolano; disolventes ácidos carboxílicos tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico y ácido láctico; disolventes de éter tales como anisol, éter dietílico, tetrahidrofurano, éter diisopropílico, dioxano, diglima y dimetoxietano; y mezclas de los mismos. Se prefieren los disolventes a base de hidrocarburos aromáticos, disolventes a base de hidrocarburos alifáticos, disolventes de hidrocarburos halogenados, disolventes a base de alcohol, disolventes a base de éter, disolventes polares apróticos y disolventes de ácido carboxílico.

40 Son más preferidos los disolventes que tienen un parámetro de solubilidad (en lo sucesivo, también denominado valor SP) de 20 $(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ o superior. El valor SP al que se hace referencia en el presente documento es un valor descrito en las pp. 688-701 de "Polymer Handbook Fourth Edition" (escrito por J. Brand, publicado por Wiley, 1998).

50 Si el valor no se encuentra descrito en el libro, el valor SP se calcula según el método de estimación de Fedor. Este cálculo se lleva a cabo sobre la base de la densidad de energía de coagulación y el volumen molecular molar (en lo sucesivo, también denominado método de cálculo) ("SP value, base, application and calculation method", Hideki Yamamoto, publicado por Johokiko Co., Ltd., 31 de marzo de 2005). El valor SP de un copolímero se define como la suma de los valores de SP multiplicados por la respectiva fracción molar de cada unidad componente.

Los disolventes orgánicos preferidos son los disolventes solubles en agua tales como disolventes a base de alcohol,

disolventes polares apróticos y disolventes de ácido carboxílico, y en particular los disolventes orgánicos preferidos son disolventes polares apróticos y disolventes de ácido carboxílico. Desde el punto de vista de la disponibilidad, de una amplia gama de aplicabilidad a la poliamida (A1) y al polímero (A2), debido a su capacidad de disolver una amplia variedad de polímeros, y de la capacidad de mezclarse homogéneamente con el disolvente que se puede
5 usar preferentemente como el mal disolvente que se describe más adelante tal como agua y disolvente a base de alcohol, los disolventes más preferidos son N-metil-2-pirrolidona, dimetilsulfóxido, N,N-dimetil formamida, N,N-dimetil acetamida y 1,3-dimetil-2-imidazolidinona.

Estos disolventes orgánicos se pueden usar en combinación o como mezcla. Sin embargo, desde el punto de vista
10 de la obtención de partículas que tienen un diámetro de partícula relativamente pequeño y una distribución del tamaño de partícula estrecha, y la reducción de la carga del proceso de producción al evitar la inconveniencia del proceso de separación en el reciclaje del disolvente utilizado, se prefiere un único disolvente orgánico, y además se prefiere un único disolvente orgánico que pueda disolver cualquiera de la poliamida (A1), el polímero (A2) y el polímero (B).

En la presente invención, el mal disolvente para la poliamida (A1) es un disolvente en el que no se disuelve la poliamida (A1). La expresión "no se disuelve la poliamida (A1)" en el presente documento significa que la solubilidad de la poliamida (A1) en el mal disolvente es del 1 % en masa o inferior, preferentemente del 0,5 % en masa o inferior, y más preferentemente del 0,1 % en masa o inferior.

Se utiliza un mal disolvente para la poliamida (A1) en un método para producir partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con una forma de realización de la presente invención. Este mal disolvente preferentemente es un disolvente que es un mal disolvente tanto para la poliamida (A1) como para el polímero (A2), y al mismo tiempo un disolvente que disuelve el polímero (B). Sin embargo, el mal disolvente no está limitado con tal
25 de que sea un mal disolvente para la poliamida (A1), y no es necesario que el mal disolvente sea un mal disolvente para el polímero (A2). Por ello, se pueden precipitar de manera eficiente las partículas finas de polímero de material compuesto de la poliamida (A1). Además, se prefiere que el mal disolvente para la poliamida (A1) sea un disolvente que se pueda mezclar homogéneamente con el disolvente para disolver los polímeros de la poliamida (A1), el polímero (A2) y el polímero (B).

Aunque el mal disolvente en una forma de realización de la presente invención puede variar dependiendo del tipo de poliamida (A1) y de manera deseable de los tipos de poliamida (A1), del polímero (A2) y del polímero (B), los ejemplos representativos del mal disolvente incluyen al menos un tipo de disolvente seleccionado entre los siguientes: disolventes a base de hidrocarburos alifáticos tales como pentano, hexano, heptano, octano, nonano, n-decano, n-dodecano, n-tridecano, ciclohexano y ciclopentano; disolventes a base de hidrocarburos aromáticos tales como benceno, tolueno y xileno; disolventes a base de éster tales como acetato de etilo y acetato de metilo; disolventes a base de hidrocarburos halogenados tales como cloroformo, bromoformo, cloruro de metileno, 1,2-dicloroetano, 1,1,1-tricloroetano, clorobenceno y 2,6-diclorotolueno; disolventes a base de cetonas, tales como acetona, metil etil cetona, metil isobutil cetona y metil butil cetona; disolventes de alcohol tales como metanol, etanol,
40 1-propanol y 2-propanol; disolventes polares apróticos tales como dimetilsulfóxido, N,N-dimetilformamida, N,N-dimetil acetamida, fosfato de trimetilo, N-metil-2-pirrolidona, 1,3-dimetil-2-imidazolidinona y sulfolano; disolventes ácidos carboxílicos tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico y ácido láctico; disolventes a base de éter tales como anisol, éter dietílico, tetrahidrofurano, éter diisopropílico, dioxano, diglima y dimetoxietano; y agua.

Desde el punto de vista de hacer que la poliamida (A1) se convierta de manera eficiente en partículas, se prefieren los disolventes de hidrocarburos aromáticos, disolventes de hidrocarburos alifáticos, disolventes de alcohol y agua, son más preferidos los disolventes de alcohol y agua, y el agua es particularmente preferida.

En una forma de realización de la presente invención, es posible precipitar la poliamida (A1) y obtener partículas finas de polímero de material compuesto de manera eficiente mediante la selección y combinación de una manera apropiada de la poliamida (A1), el polímero (A2), el polímero (B), el disolvente orgánico para disolverlos, y el mal disolvente para la poliamida (A1).

El líquido mixto que se disuelve con la poliamida (A1), el polímero (A2), el polímero (B) y el disolvente orgánico para disolverlos debe provocar la separación de fases en dos fases de una fase de solución que contiene la poliamida (A1) y el polímero (A2) como sus principales componentes y una fase de solución que contiene el polímero (B) como su componente principal. En este paso, el disolvente orgánico en la fase de solución que contiene la poliamida (A1) y el polímero (A2) como sus principales componentes puede ser el mismo o diferente del disolvente orgánico en la fase de solución que contiene el polímero (B) como su componente principal, pero se prefiere que estos dos disolventes sean sustancialmente idénticos.

Las condiciones para la formación de los dos estados de fases separadas variará dependiendo de los tipos de poliamida (A1), del polímero (A2) y del polímero (B), los pesos moleculares de la poliamida (A1), del polímero (A2) y del polímero (B), del tipo del disolvente orgánico, de las concentraciones de la poliamida (A1), del polímero (A2) y del polímero (B), y de la temperatura y la presión a la que se debe llevar a cabo la presente invención.

Con el fin de obtener condiciones en las que se lleve a cabo fácilmente la separación de fases, en el método de la presente invención, cuando los valores SP de la poliamida (A1) y el polímero (B) se denominan δ_{A1} y δ_B , respectivamente, se satisface una relación de $\delta_B - \delta_{A1} \geq 1$ [(J/cm³)^{1/2}].

- 5 La diferencia entre los valores SP preferentemente es 1 (J/cm³)^{1/2} o superior, más preferentemente 2 (J/cm³)^{1/2} o superior, más preferentemente 3 (J/cm³)^{1/2} o superior, en particular preferentemente 5 (J/cm³)^{1/2} o superior, y muy preferentemente 8 (J/cm³)^{1/2} o superior. Cuando los valores de SP satisfacen este intervalo, se puede conseguir fácilmente la separación de fases.
- 10 Aunque no hay limitaciones específicas sobre la diferencia máxima entre los valores SP, siempre que se puedan disolver en el disolvente orgánico tanto la poliamida (A1) como polímero (B), la diferencia máxima preferentemente es de 20 (J/cm³)^{1/2} o inferior, más preferentemente de 15 (J/cm³)^{1/2} o inferior, y más preferentemente de 10 (J/cm³)^{1/2} o inferior. Además, el valor SP del polímero (B) preferentemente es de 21 (J/cm³)^{1/2} o superior, más preferentemente de 23 (J/cm³)^{1/2} o superior, más preferentemente de 25 (J/cm³)^{1/2} o superior, en particular preferentemente de 28 (J/cm³)^{1/2} o superior, y muy preferentemente de 30 (J/cm³)^{1/2} o superior.

20 Con el fin de obtener partículas finas de material compuesto de poliamida que tienen una estructura de dispersión en la que se dispersan una pluralidad de dominios cuyo principal componente es el polímero (A2) en una matriz cuyo componente principal es la poliamida (A1), en el método de la presente invención, cuando los valores SP de la poliamida (A1), el polímero (A2) y el polímero (B) se denominan δ_{A1} , δ_{A2} y δ_B , respectivamente, se satisfacen las relaciones de $|\delta_{A1} - \delta_{A2}| \geq 0,1$ [(J/cm³)^{1/2}] y $|\delta_B - \delta_{A1}| \geq 1$ [(J/cm³)^{1/2}], y se satisface una relación de cualquiera $\delta_B > \delta_{A1} > \delta_{A2}$ o $\delta_B < \delta_{A1} < \delta_{A2}$.

25 La diferencia entre los valores SP de la poliamida (A1) y el polímero (A2) preferentemente es de 0,1 (J/cm³)^{1/2} o superior. Si es inferior a 0,1 (J/cm³)^{1/2}, existe la posibilidad de que no se pueda obtener la ventaja de la estructura de dispersión debido a que el tamaño del dominio llega a ser demasiado pequeño. El límite superior de la diferencia entre los valores SP no está limitado en particular, siempre y cuando se pueda obtener la estructura de dispersión, y el límite superior preferentemente sea de 20 (J/cm³)^{1/2} o inferior, más preferentemente de 15 (J/cm³)^{1/2} o inferior, y más preferentemente de 10 (J/cm³)^{1/2} o inferior.

30 Las condiciones apropiadas para la separación de fases se pueden determinar sobre la base de un diagrama de fases ternario preparado a partir de un ensayo preliminar sencillo (en lo sucesivo, también denominada investigación de separación de fases) para observar los estados cuando se modifica la relación de los tres componentes de la poliamida (A1), el polímero (B) y el disolvente orgánico para disolverlos.

35 Para preparar el diagrama de fases, la poliamida (A1) y el polímero (B) se mezclan y se disuelven en una proporción arbitraria, y se dejan en condiciones estacionarias para determinar si se forma una interfaz. Este ensayo se lleva a cabo a al menos tres o más relaciones, preferentemente a cinco o más relaciones, más preferentemente a 10 o más relaciones. Al determinar el intervalo en el que se lleva a cabo la separación de dos fases y el intervalo en el que solo se forma una fase, se pueden encontrar las condiciones para la separación de fases deseada.

40 En ese ensayo, el hecho de que se forme o no un estado de fases separadas se puede juzgar ajustando la relación de la poliamida (A1) y el polímero (B) a una relación determinada en condiciones de temperatura y presión en las que se deba llevar a cabo la presente invención, y a continuación, la disolución de la poliamida (A1) y el polímero (B) por completo, agitando la solución obtenida suficientemente de este modo, dejando la solución agitada en condiciones estacionarias durante tres días, y a continuación la observación de la solución resultante para determinar si se produce macroscópicamente la separación de fases. Sin embargo, en el caso en el que se forma una emulsión suficientemente estable, hay un caso en el que no se produce la separación macroscópica de las fases incluso después de dejarse en condiciones estacionarias durante tres días. En tal caso, la aparición de la separación de fases se determina en base a la observación microscópica de la separación de fases utilizando un microscopio óptico o un microscopio de contraste de fases.

50 Con el fin de seleccionar unas condiciones para obtener la estructura de dispersión descrita anteriormente, se lleva a cabo la investigación de separación de fases descrita anteriormente tanto en la poliamida (A1) como en el polímero (A2) para confirmar que las dos provocan la separación de fases.

55 Desde el punto de vista de provocar la separación de fases y garantizar la viabilidad industrial, la concentración total de la poliamida (A1), del polímero (A2) y del polímero (B) en el disolvente orgánico preferentemente es superior al 1 % en masa y no superior al 50 % en masa con respecto a la masa total, con la condición previa de que los polímeros se puedan disolver realmente en el disolvente orgánico. El límite superior es más preferentemente del 30 % en masa o inferior, y lo más preferentemente del 20 % en masa o inferior. El límite inferior preferentemente es del 2 % en masa o superior, y lo más preferentemente del 3 % en masa o superior.

60 Las partículas finas de polímero se pueden producir usando el sistema de separación de fases obtenido de este modo, mezclando las fases líquidas de fases separadas en el sistema para formar una emulsión, y a continuación poniendo en contacto un mal disolvente con la emulsión.

- Para la producción de partículas finas, las etapas de formar una emulsión y poner en contacto un mal disolvente con la emulsión se llevan a cabo en un recipiente de reacción habitual. Desde el punto de vista de la viabilidad industrial, la temperatura adecuada para llevar a cabo la presente invención está en un intervalo de 10 °C a 300 °C. El límite superior preferentemente es de 280 °C o inferior, más preferentemente de 260 °C o inferior, más preferentemente de 240 °C o inferior, en particular preferentemente de 220 °C o inferior, y muy preferentemente de 200 °C o inferior. El límite inferior preferentemente es de 20 °C o superior, más preferentemente de 30 °C o superior, más preferentemente de 40 °C o superior, en particular preferentemente de 50 °C o superior, y muy preferentemente de 60 °C o superior.
- Desde el punto de vista de la viabilidad industrial, la presión adecuada para llevar a cabo la presente invención está en el intervalo de la presión normal a 100 atm (10,1 MPa). El límite superior preferentemente es de 50 atm (5,1 MPa) o inferior, más preferentemente de 30 atm (3,0 MPa) o inferior, y más preferentemente de 20 atm (2,0 MPa) o inferior. El límite inferior preferentemente es de 1 atm (101,3 kPa) o superior.
- En una forma de realización de la presente invención, la etapa para la fabricación de partículas finas se puede llevar a cabo en condiciones de alta temperatura y de alta presión, en las que es susceptible de acelerarse la descomposición térmica de la poliamida (A1), del polímero (A2), del polímero (B) o del disolvente orgánico. Por lo tanto, se prefiere llevar a cabo la etapa bajo unas condiciones en las que la concentración de oxígeno es tan baja como sea posible.
- La concentración de oxígeno de la atmósfera en el recipiente de reacción preferentemente es del 5 % en volumen o inferior, más preferentemente del 1 % en volumen o inferior, más preferentemente del 0,1 % en volumen o inferior, aún más preferentemente del 0,01 % en volumen o inferior, y en particular preferentemente del 0,001 % en volumen o inferior.
- Debido a que la medición de una concentración muy pequeña de oxígeno esencialmente es difícil, la concentración de oxígeno se calcula teóricamente a partir de la capacidad del recipiente de reacción, de la concentración en volumen de oxígeno de un gas inerte, de la presión sustituida en el recipiente y de sus tiempos.
- Además, para el recipiente de reacción, se prefiere utilizar un gas inerte. Los ejemplos representativos incluyen nitrógeno, helio, argón y dióxido de carbono, y son preferidos el nitrógeno y el argón.
- Además, desde el punto de vista de la prevención del deterioro debido a la oxidación de la materia prima utilizada para la fabricación de partículas finas, como aditivo se puede usar un antioxidante.
- Debido a que se añade con el fin de atrapar el radical, el antioxidante está representado, por ejemplo, por un antioxidante fenólico, un antioxidante sulfúrico, un antioxidante amina aromática, y un antioxidante fosfórico.
- Los antioxidantes representativos incluyen fenol, hidroquinona, p-metoxi fenol, benzoquinona, 1,2-naftoquinona, cresol, catecol, ácido benzoico, ácido hidroxilo benzoico, ácido salicílico, ácido hidroxilbenceno sulfónico, 2,5-di-t-butil hidroquinona, 6-t-butil-m-cresol, 2,6-di-t-butil-p-cresol, 4-t-butilcatecol, 2,4-dimetil-6-t-butilfenol, 2-t-butil hidroquinona y 2-t-butil-4-metoxi fenol.
- Aunque la concentración del antioxidante no está particularmente restringida, preferentemente se encuentra en el intervalo del 0,001 al 10 % en masa respecto a la masa del polímero (B). El límite superior es más preferentemente del 5 % en masa o inferior, y lo más preferentemente del 3 % en masa o inferior. El límite inferior es más preferentemente del 0,01 % en masa o superior, y más preferentemente del 0,05 % en masa o superior.
- Se forma una emulsión mezclando juntas las respectivas fases bajo esas condiciones. En concreto, se produce una emulsión añadiendo una fuerza de cizallamiento a la solución de separación de fases obtenida como se ha descrito anteriormente.
- Las partículas finas producidas por el proceso de producción de acuerdo con la presente invención tienen una distribución del tamaño de partícula muy estrecha. Esto se debe a que se pueden obtener emulsiones de tamaño muy uniforme en las etapas de formación de la emulsión. Esta tendencia es notable en el caso en que se utiliza un solo disolvente para disolver cualquiera de la poliamida (A1), el polímero (A2) y el polímero (B). Por lo tanto, es suficiente utilizar un método de agitación conocido a efectos de obtener una fuerza de cizallamiento suficiente para formar una emulsión, y la mezcla se puede llevar a cabo utilizando uno de los métodos conocidos, tales como agitación en fase líquida usando paletas de agitación, agitación en un mezclador doble continuo, la mezcla en un homogeneizador, irradiación ultrasónica, etc.
- Más específicamente, en el caso de la agitación usando cuchillas de agitación, la velocidad de agitación preferentemente es de 50 rpm a 1200 rpm, aunque puede variar dependiendo de la forma de las paletas de agitación. El límite superior es más preferentemente de 1000 rpm o inferior, más preferentemente de 800 rpm o inferior, y en particular preferentemente de 600 rpm o inferior. El límite inferior es más preferentemente de 100 rpm o superior, aún más preferentemente de 200 rpm o superior, y en particular preferentemente de 300 rpm o superior.

Los tipos representativos de paletas de agitación incluyen tipos de propulsor, pala, pala plana, turbina, doble cono, cono individual, cinta individual, doble cinta, tornillo, y cinta helicoidal, sin embargo, las paletas de agitación no se limitan particularmente a éstas, siempre y cuando se pueda aplicar una fuerza de cizallamiento suficiente al sistema. Además, con el fin de realizar una agitación eficaz, el recipiente puede estar provisto de placas deflectoras o similar.

5 Además, con el fin de producir una emulsión, es posible utilizar no solo agitadores, sino también cualquiera de los dispositivos ampliamente conocidos, tales como una máquina emulsionante y una máquina de dispersión. Los dispositivos representativos incluyen máquinas emulsionantes de tipo discontinuo, tales como Homogenizer (suministrado por IKA Corporation), Polytron (suministrado por Kinematica, Inc.), y TK Autohomomixer (suministrado por Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.), y otros tales como Ebara Milder (suministrado por Ebara Corporation), TK Filmics, TK Pipeline Homomixer (suministrado por Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.), Colloid Mill (suministrado por Shinko-Pantec Co., Ltd.) y Slasher, Trigonal Wet Grinder (suministrado por Mitsui Miike Kakoki Co., Ltd.), así como homogeneizadores ultrasónicos y mezcladores estáticos.

15 La emulsión así obtenida a continuación se somete a una etapa para la precipitación de partículas finas.

Con el fin de obtener partículas finas de material compuesto de polímero compuestas de la poliamida (A1) y el polímero (A2), se pone en contacto un mal disolvente para la poliamida (A1) con la emulsión producida por la etapa descrita anteriormente para precipitar partículas finas que tienen un diámetro en correspondencia con el de la emulsión.

El contacto entre el mal disolvente y la emulsión se puede conseguir vertiendo la emulsión en el mal disolvente, o vertiendo el mal disolvente en la emulsión, pero se prefiere verter el mal disolvente en la emulsión.

25 El método para verter el mal disolvente no está particularmente restringido siempre que sea posible obtener las partículas finas de polímero que se producen en una forma de realización de la presente invención, y se pueda emplear cualquiera de un método de goteo continuo, un método de goteo dividido y un método de adición discontinuo. Sin embargo, preferentemente se emplean el método de goteo continuo y el método de goteo dividido, ya que pueden evitar que se produzca la coagulación, la fusión o la coalescencia de la emulsión al añadir el mal disolvente, que puede dar lugar a una distribución de gran tamaño de partículas o granos voluminosos superior a 1000 μm , y con el fin de llevarlo a cabo industrialmente de manera eficiente, el método más preferido es el método de goteo continuo.

35 Además, el tiempo para añadir el mal disolvente preferentemente se encuentra en un intervalo de 5 minutos a 50 horas. El límite superior es más preferentemente de 10 horas o inferior, y más preferentemente de 5 horas o inferior. El límite inferior es más preferentemente de 10 minutos o superior, más preferentemente de 30 minutos o superior, y en particular preferentemente de 1 hora o superior.

40 Si se lleva a cabo dentro de un tiempo más corto que estos intervalos, la emulsión probablemente experimentará coagulación, fusión, o coalescencia, que puede dar lugar a una distribución de gran tamaño de partícula o granos voluminosos. Además, el rendimiento de la adición durante un tiempo más largo que los intervalos descritos anteriormente no es práctico al considerar el rendimiento industrial.

45 La aplicación dentro de estos intervalos de tiempo sirve para suprimir la coagulación entre las partículas cuando la emulsión se convierte en partículas finas de polímero, y para producir partículas finas de polímero que tienen una distribución del tamaño de partícula estrecha.

50 Aunque depende del estado de la emulsión, la cantidad de mal disolvente que se añade habitualmente es de 0,1 a 10 partes en masa con respecto a 1 parte en masa de la masa total de la emulsión. El límite superior es más preferentemente de 5 partes en masa o inferior, más preferentemente de 3 partes en masa o inferior, en particular preferentemente de 2 partes en masa o inferior, y más preferentemente de 1 parte en masa o inferior. El límite inferior es más preferentemente de 0,1 partes en masa o superior, y más preferentemente de 0,2 partes en masa o superior.

55 El momento del contacto entre el mal disolvente y la emulsión no está limitado siempre y cuando el tiempo sea suficiente para precipitar partículas finas. Sin embargo, con el fin de provocar una precipitación suficiente con una alta productividad, el tiempo de contacto desde la terminación de la adición del mal disolvente preferentemente se encuentra en un intervalo de 5 minutos a 50 horas. El límite superior es más preferentemente de 10 horas o inferior, más preferentemente de 5 horas o inferior, en particular preferentemente de 4 horas o inferior, y lo más preferentemente de 3 horas o inferior. El límite inferior es más preferentemente de 5 minutos o superior, más preferentemente de 10 minutos o superior, en particular preferentemente de 20 minutos o superior, y lo más preferentemente de 30 minutos o superior.

65 Se puede recoger polvo de las partículas finas sometiendo el líquido de dispersión de las partículas finas de polímero de material compuesto así obtenidas a un método de separación sólido-líquido convencional tal como filtración, filtración a presión reducida, filtración por compresión, separación centrífuga, filtración centrífuga, secado

por pulverización, etc.

Las partículas finas de polímero de material compuesto obtenidas de la separación sólido-líquido se pueden purificar, si es necesario, por lavado en un disolvente o similar y la eliminación en consecuencia de las impurezas que se mantienen en la superficie o dentro de las partículas finas.

El método de acuerdo con una forma de realización de la presente invención tiene la ventaja de que es posible reciclar y reutilizar el disolvente orgánico y el polímero (B), que se han separado en la etapa de separación sólido-líquido realizada durante la producción de polvo de partículas finas.

El disolvente resultante de la separación sólido-líquido es una mezcla del polímero (B), el disolvente orgánico y el mal disolvente. Al eliminar el mal disolvente de esta mezcla, el líquido restante se puede reciclar como disolvente para formar la emulsión. La eliminación del mal disolvente se puede llevar a cabo utilizando un método conocido en general, tal como destilación simple, destilación a presión reducida, destilación de precisión, destilación en película fina, extracción, separación de membrana, etc., y los métodos preferidos son destilación simple, destilación a presión reducida y destilación de precisión.

Cuando se realiza una operación de destilación tal como destilación simple o destilación a presión reducida, se aplica calor al sistema y existe la posibilidad de que se pueda promover la descomposición térmica del polímero (B) o el disolvente orgánico, tal como es el caso en el proceso de producción de partículas finas de polímero. Por lo tanto, la operación preferentemente se realiza en un estado libre de oxígeno, más preferentemente en atmósfera inerte. Más específicamente, preferentemente se realiza bajo atmósfera de nitrógeno, helio, argón, o dióxido de carbono. Además, como antioxidante se puede añadir de nuevo un compuesto fenólico.

Para el reciclaje, se prefiere que el mal disolvente se retire tanto como sea posible. Más específicamente, la cantidad del mal disolvente restante es del 10 % en masa o inferior, preferentemente del 5 % en masa o inferior, más preferentemente del 3 % en masa o inferior, y en particular preferentemente del 1 % en masa o inferior, relativa a la cantidad total del disolvente orgánico y el polímero (B) reciclar. En los casos en que la cantidad restante del mal disolvente se encuentra en este intervalo, la distribución del tamaño de partícula de las partículas finas puede llegar a ser más amplio o las partículas se pueden coagular. Por lo tanto no se prefieren estos casos.

El contenido del mal disolvente en la mezcla de disolvente utilizado para el reciclaje se puede medir por un método conocido en general, tal como cromatografía de gases o el método de Karl Fischer.

En la práctica, puede haber una pérdida del disolvente orgánico o del polímero (B) durante las operaciones para eliminar el mal disolvente, por lo que, cuando sea necesario, se prefiere ajustar adecuadamente la relación de la composición a la relación inicial.

Es posible producir partículas finas de polímero de material compuesto, las partículas finas de polímero de material compuesto obtenidas de este modo que tienen un diámetro promedio de partícula generalmente de 1000 μm o inferior, preferentemente de 500 μm o inferior, más preferentemente de 250 μm o inferior, más preferentemente de 100 μm , y en particular preferentemente de 50 μm o inferior. Además, es posible producir partículas finas de polímero compuesto en las que el límite inferior del diámetro promedio de partícula generalmente sea de 0,05 μm o superior, preferentemente de 0,1 μm o superior, más preferentemente de 0,5 μm o superior, aún más preferentemente de 0,8 μm o superior, y en particular preferentemente de 1 μm o superior.

Las partículas finas producidas mediante el método para la producción de partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con una forma de realización de la presente invención son partículas finas de material compuesto de poliamida que tienen una estructura de dispersión, en la que se dispersa un tipo diferente de polímero en cada partícula fina de polímero, en la que no se ven afectadas una excelente resistencia a la fractura, resistencia al impacto, resistencia química, etc., intrínsecas a partículas finas de poliamida, que tienen diferentes propiedades y características tales como alta resistencia a la fractura, resistencia al impacto y resistencia al calor que no se pueden conseguir por las partículas finas de polímero que comprenden un solo tipo de poliamida, y que tienen una distribución del tamaño de partícula estrecha y una alta esfericidad. Por lo tanto, dichas partículas finas de material compuesto de poliamida son especialmente adecuadas para su uso como modificador para una resina epoxi.

Además, se espera que las partículas finas de material compuesto de poliamida se puedan usar como modificador para cosméticos, aditivo para tóner, modificador de la reología para pinturas y similares, y un agente para el diagnóstico y examen médico.

Como aplicación concreta de las molduras, películas y fibras de resinas descritas anteriormente, ejemplos representativos incluyen: componentes eléctricos y electrónicos representados por cajas de aparatos eléctricos, cajas de aparatos de oficina, diversas cubiertas, diversos equipos, diversas cajas, sensores, lámparas LED, conectores, zócalos, resistencias, cajas de relés, interruptores, bobinas helicoidales, condensadores, cajas de condensadores variables, lectores ópticos, resonadores, varias regletas y tarjetas de terminales, transformadores de adaptación, enchufes, placas de circuito impreso, sintonizadores, altavoces, micrófonos, auriculares, motores

pequeños, bases de cabezal magnético, módulos de energía, cajas, semiconductores, cristales líquidos, portaescobillas del motor, antenas parabólicas, y componentes de ordenador; componentes de aparatos eléctricos domésticos y de oficina representados por componentes grabadores de cinta de vídeo, componentes de televisores, planchas, secadores de pelo, componentes de arroceros, componentes acústicos, componentes de equipos de audio para audio y discos compactos, componentes de iluminación, componentes refrigeradores y componentes de aire acondicionado; componentes de máquinas, tales como componentes de ordenadores de oficina, componentes telefónicos, componentes de fax, componentes de fotocopiadoras, dispositivos de limpieza, varios rodamientos (incluyendo los rodamientos sin costura, rodamientos de popa, rodamientos sumergidos, etc.), componentes de motor y encendedores; equipos ópticos y componentes de máquinas de precisión representados por microscopios, prismáticos, cámaras y relojes; y otros componentes tales como terminales de alternador, conectores de alternador, reguladores de circuito integrado, varias válvulas (incluyendo válvulas de emisión, etc.), varios tubos de combustible, sistemas de escape y de admisión de aire, toberas de admisión de aire, colectores de admisión, bombas de combustible, juntas de refrigerante del motor, cuerpos principales del carburador, espaciadores del carburador, sensores de emisión, sensores de refrigeración, sensores de temperatura del aceite, sensores de la posición del acelerador, sensores de la posición del cigüeñal, medidores del flujo de aire, bases de termostato para acondicionadores de aire, válvulas de control de flujo de aire caliente, portaescobillas para motores del radiador, impulsores de la bomba de agua, álabes de turbina, componentes del motor del limpiaparabrisas, distribuidores, interruptores de arranque, relés de arranque, Arneses de los cables de transmisión, boquillas de líquido limpiador de parabrisas, placas de interruptores del panel acondicionador de aire, bobinas de la válvula solenoide de combustible, conectores de fusibles, terminales de cuerno, aisladores de componentes eléctricos, rotores de motor de paso, casquillos de lámparas, reflectores de la lámpara, carcasas para lámparas, pistones de freno, bobinas solenoides, filtros de aceite de motor y cajas de ignición. Además, desde el punto de vista de su excelente transparencia y resistencia al calor, las partículas finas se pueden aplicar a los siguientes usos: los componentes del equipo de imagen como cámaras, grabadoras de vídeo, lentes de captura de imágenes para televisores de proyección, buscadores, filtros, prismas, lentes Fresnel, etc.; componentes de grabación óptica y comunicación óptica, tales como tarjetas de discos ópticos para diferentes discos ópticos (VD, CD, DVD, MD, LD, etc.), películas de protección de diversas tarjetas de discos ópticos, lentes de recogida para reproductores de discos ópticos, fibras ópticas, interruptores ópticos, conectores ópticos, etc.; componentes de aparatos de información, tales como pantallas de cristal líquido, pantallas planas, paneles de guía de luz para pantallas de plasma, lentes Fresnel, placas polarizantes, películas de protección de placas polarizantes, películas de diferencia de fase, películas difusión de luz, películas de expansión del ángulo de visión, películas de reflexión, películas anti-reflexión, películas antideslumbrantes, películas de mejora del brillo, láminas de prismas, lentes de recogida, películas de guía de luz para paneles táctiles, cubiertas, etc.; componentes de vehículos (automóviles, etc.), tales como lentes de luces traseras, lentes de luces delanteras, lentes interiores, capacitadores ámbar, reflectores, extensiones, espejos laterales, espejos de sala, visores laterales, agujas de instrumentos, cubiertas del instrumento, acristalamientos representados por un cristal de ventana, etc.; componentes de aparatos médicos tales como lentes para gafas, monturas de gafas, lentes de contacto, endoscopios, células ópticas para análisis, etc.; y componentes de materiales de construcción tales como ventanas de iluminación, tableros de transmisión de luz para carreteras, paneles transparentes para carreteras, cubiertas de luces, señalización, paredes insonorizadas transparentes, materiales para bañeras, etc. Las partículas finas son muy útiles para dichos usos diversos.

Ejemplos

En lo sucesivo, la presente invención se explicará en detalle en base a ejemplos, aunque la presente invención no está limitada a ellos.

(1) Métodos para medir el diámetro de partícula promedio, el índice de distribución del tamaño de partícula y la esfericidad

El diámetro de partícula de cada partícula fina se midió observando las partículas finas de polímero con 1000 aumentos utilizando un microscopio electrónico de barrido (JSM-6301NF, microscopio electrónico de barrido suministrado por JEOL Ltd.). En el caso en el que la partícula observada no era un círculo perfecto, el diámetro más largo de la partícula fue considerado como su diámetro de partícula. El diámetro promedio de partícula se determinó midiendo los diámetros de 100 partículas seleccionadas al azar a partir de una fotografía de microscopio electrónico de barrido y el cálculo de su media aritmética.

El índice de distribución del tamaño de partícula, que representa la distribución del tamaño de partícula, se calculó a partir de la siguiente ecuación de conversión usando los diámetros de partículas respectivos obtenidos por la descripción anterior.

[Mat. 5]

$$Dn = \sum_{i=1}^n Di / n$$

$$Dv = \sum_{i=1}^n Di^4 / \sum_{i=1}^n Di^3$$

$$PDI = Dv / Dn$$

En la ecuación, Di representa el diámetro de cada partícula, n representa el número de mediciones (100), Dn representa el diámetro promedio de partícula en número, Dv representa el diámetro promedio de partícula en volumen, y PDI representa el índice de distribución del tamaño de partícula.

- 5 La esfericidad se determina midiendo los diámetros largos y los diámetros cortos de 30 partículas seleccionadas al azar en la observación de las partículas mencionada anteriormente usando el microscopio electrónico de barrido, y el cálculo se basa en la siguiente ecuación.

[Mat. 6]

$$S = \frac{\sum_{i=1}^n (D_{Si} / D_{Li})}{n} \times 100$$

- 10 En la ecuación, S representa la esfericidad, D_{Si} representa el diámetro más corto, D_{Li} representa el diámetro más largo, y n representa el número de mediciones (30).

(2) Método para verificar la estructura de dispersión

- 15 Después de incorporar partículas finas de polímero en una resina epoxi para la microscopía electrónica y el curado de la resina, la muestra se preparó por la técnica de sección congelada con un espesor de 0,1 μm, y se lleva a cabo una observación de la estructura de dispersión utilizando un microscopio electrónico de transmisión (suministrado por Hitachi, Ltd., H-7100).

- 20 (3) Método para medir el diámetro promedio de partícula de los dominios

- El diámetro promedio de partícula de los dominios se define como un promedio de los diámetros correspondientes de los círculos verdaderos midiendo áreas de sección transversal de 50 dominios seleccionados al azar a partir de una fotografía de microscopio electrónico de transmisión obtenida mediante la observación en (2) descrito anteriormente y la conversión de cada dominio a un círculo verdadero que tiene un área equivalente a la del dominio correspondiente de acuerdo con la siguiente ecuación de conversión.
- 25

[Mat. 7]

$$D_{dominio} = \frac{\sum_{i=1}^n \sqrt{4S_i / \pi}}{n}$$

En la ecuación, $D_{dominio}$ representa el diámetro promedio de partícula de los dominios, S_i representa el área de la sección transversal de cada dominio, y n representa el número de mediciones (50).

- 5 (4) Determinación del punto de fusión y la temperatura de transición vítrea a base de calorimetría diferencial de barrido

10 El punto de fusión se define como una temperatura superior pico de un pico de fusión observado en la curva de DSC que se obtiene usando un calorímetro diferencial de barrido (Robot DSC suministrado por Seiko Instruments Inc.) bajo atmósfera de nitrógeno, calentando a una velocidad de calentamiento de 20 °C/min desde 30 °C hasta una temperatura de 30 °C por encima del punto de fusión del polímero seguido del mantenimiento de la temperatura durante 1 minuto, enfriamiento a una velocidad de enfriamiento de 20 °C/min hasta 0 °C seguido de mantenimiento de la temperatura durante 1 minuto, y a continuación la medición de la curva de DSC mientras se calienta de nuevo a una velocidad de calentamiento de 20 °C/min.

15 La curva de DSC es una curva trazada por una calorimetría diferencial de barrido en la que el eje vertical representa un diferencial entre las entradas de energía térmica aplicada a una muestra y un material convencional por unidad de tiempo, las entradas de energía térmica que se aplican a la muestra y el material convencional, respectivamente, para igualar sus temperaturas, y el eje horizontal representa la temperatura.

20 Además, la temperatura de transición vítrea se determina basándose en la curva de DSC obtenida en el segundo calentamiento descrito anteriormente en la medición de DSC, y se define como una temperatura de un punto de intersección en la que una línea recta equidistante de dos líneas basales extrapoladas del lado de alta temperatura y del lado de baja temperatura según se mide en la dirección de eje vertical se cruza con un segmento de la curva que muestra un cambio de etapa de transición vítrea.

- 25 (5) Método de análisis de la relación de composición

La relación de composición de poliamida (A1) y polímero (A2) se determinó midiendo las partículas finas de polímero obtenido con RMN ¹H (suministrado por JEOL Ltd., JNM-AL400) utilizando hexafluoroisopropanol deuterado como disolvente.

- (6) Evaluación de la mejora de la resistencia a la fractura del polímero
A. Preparación de la muestra (placa de resina epoxi curada)

35 Se añadieron 10 partes en masa de tetraglicidil diamino difenilmetano (suministrado por Sumitomo Chemical Co., Ltd., "Sumiepoxy (marca registrada)" ELM434) como resina epoxi, 70 partes en masa de la resina epoxi de tipo m-aminofenol (suministrado por Huntsman Advanced Materials LLC, "Araldite (marca registrada)" MY0600) y 20 partes en masa de la resina epoxi de tipo bisfenol F (suministrado por DIC Corporation, "EPICLON (marca registrada)" 830), y 15 partes en masa de poliéter sulfona (suministrado por Sumitomo Chemical Co., Ltd., "SUMIKAEXCEL (marca registrada)" 5003P) en una amasadora, se calentó hasta 160 °C mientras se amasa, y se amasó durante 1 hora a 160 °C para obtener un líquido viscoso transparente. Después de enfriar a 80 °C mientras se amasa, se añaden 40 partes en masa de 3,3'-diaminodifenilsulfona (Mitsui Fine Chemicals, Inc., 3,3'-DAS) y 74 partes en masa de partículas finas de polímero, y con amasado adicional se obtuvo una composición de resina epoxi. Después de eliminar la espuma de la composición de resina en vacío, la composición se curó durante 2 horas a 180 °C en un molde en el que el espesor se controla para que sea de 6 mm. La velocidad de aumento de la temperatura hasta 180 °C se ajustó a 1,5 °C/min.

- 50 B. Método para la evaluación de la resistencia a la fractura

Una muestra que tiene una anchura de 12,7 mm se cortó de la placa curada con un espesor de 6 mm que se ha preparado en el punto A. descrito anteriormente, y a continuación se midió el factor de estrés de intensidad crítica (K_{Ic}) de la muestra de resina epoxi curada según el método SENB descrito en la norma ASTM D5045-96, y el factor se utilizó como índice de resistencia a la fractura del polímero. El valor relativo del factor se muestra en la Tabla 1 en el que el que el K_{Ic} de una placa de resina epoxi curada que no tiene partículas finas de polímero se establece en 1,0 como valor de referencia. Todas las mediciones de las propiedades se llevaron a cabo bajo unas condiciones a una

temperatura de 23 ± 2 °C y una humedad relativa del 50 ± 10 %.

Ejemplo 1

5 <Método para producir partículas finas de polímero de material compuesto de poliamida transparente/poliamida>

Se añadieron 16,8 g de poliamida transparente (peso molecular promedio en peso: 17.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "TROGAMID (marca registrada)" CX7323) como poliamida (A1), 4,2 g de poliamida 12 (peso molecular promedio en peso: 38.000, suministrado por Arkema KK, "Rilsan (marca registrada)" AESNOTL-44) como polímero (A2), 31,5 g de poli (alcohol vinílico) (suministrado por Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd., "Gohsenol (marca registrada)" GM-14, peso molecular promedio en peso: 29.000, valor SP: $32,8 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$) como polímero (B) y 297,5 g de N-metil-2-pirrolidona como disolvente orgánico en un autoclave de vidrio resistente a la presión de 1000 ml (suministrado por Taiatsu Techno Corporation, Hyper Glaster, TEM-V1000N), se calentó hasta 180 °C después de realizar la sustitución de la atmósfera en el autoclave con nitrógeno en más de un 99 %, y se agitó durante 4 horas hasta que se disolvieron los polímeros. En ese momento, la concentración de oxígeno teóricamente es del 1 % o inferior. Después de esto, se gotearon 350 g de agua de intercambio iónico como mal disolvente a una velocidad de 2,92 g/min a través de una bomba de alimentación. En el momento en que se añadieron aproximadamente 200 g de agua de intercambio iónico el sistema viró a blanco. Después de que se hubo vertido toda la cantidad de agua, se bajó la temperatura mientras se agitaba, la suspensión obtenida se filtró, se llevó a cabo el lavado de re-suspensión añadiendo 700 g de agua de intercambio iónico, y las sustancias filtradas se secaron al vacío a 80 °C durante 10 horas para obtener 20,6 g de material sólido blanco. Cuando el polvo obtenido se observa mediante un microscopio electrónico de barrido, consiste en partículas finas de polímero que tienen forma de partículas verdaderamente esférica, un diámetro promedio de partículas de 27 μm , un índice de distribución del tamaño de partícula de 1,18, y una esfericidad de 96. Las partículas finas de polímero obtenidas se incluyeron en una resina epoxi y se preparó una sección ultra fina de la misma. Cuando la sección se observó con un microscopio electrónico de transmisión, una pluralidad de dominios cuyo componente principal era poliamida 12 y que tenía un diámetro promedio de partícula de 410 nm estaba dispersa en partículas finas de polímero. El contenido de poliamida 12 en las partículas finas de polímero era del 18,9 % en volumen de acuerdo con la RMN ^1H . El punto de fusión de la poliamida transparente usada en este Ejemplo fue de 250 °C, y la poliamida 12 tenía un punto de fusión de 183 °C. De acuerdo con el método de cálculo, la poliamida transparente tenía un valor SP de $23,3 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$, y la poliamida 12 tenía un valor SP de $21,7 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$.

Ejemplo 2

35 <Método para producir partículas finas de polímero de material compuesto de poliamida transparente/poliamida>

Se añadieron 14,7 g de poliamida transparente (peso molecular promedio en peso: 17.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "TROGAMID (marca registrada)" CX7323) como poliamida (A1), 6,3 g de poliamida 12 (peso molecular promedio en peso: 38.000, suministrado por Arkema KK, "Rilsan (marca registrada)" AESNOTL-44) como polímero (A2), 31,5 g de poli (alcohol vinílico) (suministrado por Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd., "Gohsenol (marca registrada)" GM-14, peso molecular promedio en peso: 29.000, valor SP: $32,8 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$) como polímero (B) y 297,5 g de N-metil-2-pirrolidona como disolvente orgánico en un autoclave de vidrio resistente a la presión de 1000 ml (suministrado por Taiatsu Techno Corporation, Hyper Glaster, TEM-V1000N), se calentó hasta 180 °C después de realizar la sustitución de la atmósfera en el autoclave con nitrógeno en más de un 99 %, y se agitó durante 4 horas hasta que se disolvieron los polímeros. En ese momento, la concentración de oxígeno teóricamente es del 1 % o inferior. Después de esto, se gotearon 350 g de agua de intercambio iónico como mal disolvente a una velocidad de 2,92 g/min a través de una bomba de alimentación. En el momento en que se añadieron aproximadamente 200 g de agua de intercambio iónico el sistema viró a blanco. Después de que se hubo vertido toda la cantidad de agua, se bajó la temperatura mientras se agitaba, la suspensión obtenida se filtró, se llevó a cabo el lavado de re-suspensión añadiendo 700 g de agua de intercambio iónico, y las sustancias filtradas se secaron al vacío a 80 °C durante 10 horas para obtener 20,3 g de material sólido blanco. Cuando el polvo obtenido se observa mediante un microscopio electrónico de barrido, consiste en partículas finas de polímero que tienen forma de partículas verdaderamente esférica, un diámetro promedio de partículas de 29 μm , un índice de distribución del tamaño de partícula de 1,21, y una esfericidad de 95. Las partículas finas de polímero obtenidas se incluyeron en una resina epoxi y se preparó una sección ultra fina de la misma. Cuando la sección se observa con un microscopio electrónico de transmisión, una pluralidad de dominios cuyo componente principal era poliamida 12 y que tenía un diámetro promedio de partícula de 470 nm estaba dispersa en partículas finas de polímero. El contenido de poliamida 12 en las partículas finas de polímero era del 27,2 % en volumen de acuerdo con la RMN ^1H . El punto de fusión de la poliamida transparente usada en este Ejemplo fue de 250 °C, y la poliamida 12 tenía un punto de fusión de 183 °C. De acuerdo con el método de cálculo, la poliamida transparente tenía un valor SP de $23,3 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$, y la poliamida 12 tenía un valor SP de $21,7 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$.

Ejemplo 3

65 <Método para producir partículas finas de polímero de material compuesto de elastómero de poliamida transparente/poliamida >

Se añadieron 18,9 g de poliamida transparente (peso molecular promedio en peso: 17.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "TROGAMID (marca registrada)" CX7323) como poliamida (A1), 2,1 g de elastómero de poliamida (peso molecular promedio en peso: 27.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "VESTAMID (marca registrada)" EX9200) como polímero (A2), 31,5 g de poli (alcohol vinílico) (suministrado por Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd., "Gohsenol (marca registrada)" GM-14, peso molecular promedio en peso: 29.000, valor SP: $32,8 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$) como polímero (B) y 297,5 g de N-metil-2-pirrolidona como disolvente orgánico en un autoclave de vidrio resistente a la presión de 1000 ml (suministrado por Taiatsu Techno Corporation, Hyper Glaster, TEM-V1000N), se calentó hasta 180 °C después de realizar la sustitución de la atmósfera en el autoclave con nitrógeno en más de un 99 %, y se agitó durante 4 horas hasta que se disolvieron los polímeros. En ese momento, la concentración de oxígeno teóricamente es del 1 % o inferior. Después de esto, se gotearon 350 g de agua de intercambio iónico como mal disolvente a una velocidad de 2,92 g/min a través de una bomba de alimentación. En el momento en que se añadieron aproximadamente 200 g de agua de intercambio iónico el sistema viró a blanco. Después de que se hubo vertido toda la cantidad de agua, se bajó la temperatura mientras se agitaba, la suspensión obtenida se filtró, se llevó a cabo el lavado de re-suspensión añadiendo 700 g de agua de intercambio iónico, y las sustancias filtradas se secaron al vacío a 80 °C durante 10 horas para obtener 20,3 g de material sólido blanco. Cuando el polvo obtenido se observa mediante un microscopio electrónico de barrido, consiste en partículas finas de polímero que tienen forma de partículas verdaderamente esférica, un diámetro promedio de partículas de 24 μm , un índice de distribución del tamaño de partícula de 1,17, y una esfericidad de 96. Las partículas finas de polímero obtenidas se incluyeron en una resina epoxi y se preparó una sección ultra fina de la misma. Cuando la sección se observa con un microscopio electrónico de transmisión, una pluralidad de dominios cuyo componente principal era elastómero de poliamida y que tenía un diámetro promedio de partícula de 520 nm estaba dispersa en partículas finas de polímero. El contenido de elastómero de poliamida en las partículas finas de polímero era del 8,5 % en volumen de acuerdo con la RMN ^1H . El punto de fusión de la poliamida transparente usada en este Ejemplo fue de 250 °C, y el elastómero de poliamida tenía un punto de fusión de 176 °C. De acuerdo con el método de cálculo, la poliamida transparente tenía un valor SP de $23,3 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$, y el elastómero de poliamida tenía un valor SP de $20,6 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$. Las Figs. 1 y 2 muestran vistas del microscopio electrónico de las propias partículas finas de material compuesto de poliamida y una sección transversal de las mismas, respectivamente.

Ejemplo 4

<Método para producir partículas finas de polímero de material compuesto de elastómero de poliamida transparente/poliamida>

Se añadieron 16,8 g de poliamida transparente (peso molecular promedio en peso: 17.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "TROGAMID (marca registrada)" CX7323) como poliamida (A1), 4,2 g de elastómero de poliamida (peso molecular promedio en peso: 27.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "VESTAMID (marca registrada)" EX9200) como polímero (A2), 31,5 g de poli (alcohol vinílico) (suministrado por Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd., "Gohsenol (marca registrada)" GM-14, peso molecular promedio en peso: 29.000, valor SP: $32,8 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$) como polímero (B) y 297,5 g de N-metil-2-pirrolidona como disolvente orgánico en un autoclave de vidrio resistente a la presión de 1000 ml (suministrado por Taiatsu Techno Corporation, Hyper Glaster, TEM-V1000N), se calentó hasta 180 °C después de realizar la sustitución de la atmósfera en el autoclave con nitrógeno en más de un 99 %, y se agitó durante 4 horas hasta que se disolvieron los polímeros. En ese momento, la concentración de oxígeno teóricamente es del 1 % o inferior. Después de esto, se gotearon 350 g de agua de intercambio iónico como mal disolvente a una velocidad de 2,92 g/min a través de una bomba de alimentación. En el momento en que se añadieron aproximadamente 200 g de agua de intercambio iónico el sistema viró a blanco. Después de que se hubo vertido toda la cantidad de agua, se bajó la temperatura mientras se agitaba, la suspensión obtenida se filtró, se llevó a cabo el lavado de re-suspensión añadiendo 700 g de agua de intercambio iónico, y las sustancias filtradas se secaron al vacío a 80 °C durante 10 horas para obtener 20,1 g de material sólido blanco. Cuando el polvo obtenido se observa mediante un microscopio electrónico de barrido, consiste en partículas finas de polímero que tienen forma de partículas verdaderamente esférica, un diámetro promedio de partículas de 23 μm , un índice de distribución del tamaño de partícula de 1,19, y una esfericidad de 96. Las partículas finas de polímero obtenidas se incluyeron en una resina epoxi y se preparó una sección ultra fina de la misma. Cuando la sección se observa con un microscopio electrónico de transmisión, una pluralidad de dominios cuyo componente principal era elastómero de poliamida y que tenía un diámetro promedio de partícula de 580 nm estaba dispersa en partículas finas de polímero. El contenido de elastómero de poliamida en las partículas finas de polímero era del 16,8 % en volumen de acuerdo con la RMN ^1H . El punto de fusión de la poliamida transparente usada en este Ejemplo fue de 250 °C, y el elastómero de poliamida tenía un punto de fusión de 176 °C. De acuerdo con el método de cálculo, la poliamida transparente tenía un valor SP de $23,3 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$, y el elastómero de poliamida tenía un valor SP de $20,6 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$.

Ejemplo 5

<Método para producir partículas finas de polímero de material compuesto de elastómero de poliamida transparente/poliamida>

Se añadieron 14,7 g de poliamida transparente (peso molecular promedio en peso: 17.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "TROGAMID (marca registrada)" CX7323) como poliamida (A1), 6,3 g de elastómero de poliamida (peso

molecular promedio en peso: 27.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "VESTAMID (marca registrada)" EX9200) como polímero (A2), 31,5 g de poli (alcohol vinílico) (suministrado por Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd., "Gohsenol (marca registrada)" GM-14, peso molecular promedio en peso: 29.000, valor SP: 32,8 (J/cm³)^{1/2}) como polímero (B) y 297,5 g de N-metil-2-pirrolidona como disolvente orgánico en un autoclave de vidrio resistente a la presión de 1000 ml (suministrado por Taiatsu Techno Corporation, Hyper Glaster, TEM-V1000N), después se sustituyó con nitrógeno del 99 % en volumen o superior, se calentó hasta 180 °C, y se agitó durante 4 horas hasta que los polímeros se disolvieron. En ese momento, la concentración de oxígeno teóricamente es del 1 % o inferior. Después de esto, se gotearon 350 g de agua de intercambio iónico como mal disolvente a una velocidad de 2,92 g/min a través de una bomba de alimentación. En el momento en que se añadieron aproximadamente 200 g de agua de intercambio iónico el sistema viró a blanco. Después de que se hubo vertido toda la cantidad de agua, se bajó la temperatura mientras se agitaba, la suspensión obtenida se filtró, se llevó a cabo el lavado de re-suspensión añadiendo 700 g de agua de intercambio iónico, y las sustancias filtradas se secaron al vacío a 80 °C durante 10 horas para obtener 20,7 g de material sólido blanco. Cuando el polvo obtenido se observa mediante un microscopio electrónico de barrido, consiste en partículas finas de polímero que tienen forma de partículas verdaderamente esférica, un diámetro promedio de partículas de 25 µm, un índice de distribución del tamaño de partícula de 1,22, y una esfericidad de 94. Las partículas finas de polímero obtenidas se incluyeron en una resina epoxi y se preparó una sección ultra fina de la misma. Cuando la sección se observa con un microscopio electrónico de transmisión, una pluralidad de dominios cuyo componente principal era elastómero de poliamida y que tenía un diámetro promedio de partícula de 610 nm estaba dispersa en partículas finas de polímero. El contenido de elastómero de poliamida en las partículas finas de polímero era del 25,1 % en volumen de acuerdo con la RMN ¹H. El punto de fusión de la poliamida transparente usada en este Ejemplo fue de 250 °C, y el elastómero de poliamida tenía un punto de fusión de 176 °C. De acuerdo con el método de cálculo, la poliamida transparente tenía un valor SP de 23,3 (J/cm³)^{1/2}, y el elastómero de poliamida tenía un valor SP de 20,6 (J/cm³)^{1/2}.

25 Ejemplo 6

<Método para producir partículas finas de polímero de material compuesto de elastómero de poliamida transparente/poliamida>

30 Se añadieron 18,9 g de poliamida transparente (peso molecular promedio en peso: 17.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "TROGAMID (marca registrada)" CX7323) como poliamida (A1), 2,1 g de elastómero de poliamida (peso molecular promedio en peso: 27.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "VESTAMID (marca registrada)" E62-S4) como polímero (A2), 42,0 g de poli (alcohol vinílico) (suministrado por Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd., "Gohsenol (marca registrada)" GM-14, peso molecular promedio en peso: 29.000, valor SP: 32,8 (J/cm³)^{1/2}) como polímero (B) y 287,0 g de N-metil-2-pirrolidona como disolvente orgánico en un autoclave de vidrio resistente a la presión de 1000 ml (suministrado por Taiatsu Techno Corporation, Hyper Glaster, TEM-V1000N), se calentó hasta 180 °C después de realizar la sustitución de la atmósfera en el autoclave con nitrógeno en más de un 99 %, y se agitó durante 4 horas hasta que se disolvieron los polímeros. En ese momento, la concentración de oxígeno teóricamente es del 1 % o inferior. Después de esto, se gotearon 350 g de agua de intercambio iónico como mal disolvente a una velocidad de 11,7 g/min a través de una bomba de alimentación. En el momento en que se añadieron aproximadamente 200 g de agua de intercambio iónico el sistema viró a blanco. Después de que se hubo vertido toda la cantidad de agua, se bajó la temperatura mientras se agitaba, la suspensión obtenida se filtró, se llevó a cabo el lavado de re-suspensión añadiendo 700 g de agua de intercambio iónico, y las sustancias filtradas se secaron al vacío a 80 °C durante 10 horas para obtener 20,4 g de material sólido blanco. Cuando el polvo obtenido se observa mediante un microscopio electrónico de barrido, consiste en partículas finas de polímero que tienen forma de partículas verdaderamente esférica, un diámetro promedio de partículas de 10 µm, un índice de distribución del tamaño de partícula de 1,18, y una esfericidad de 93. Las partículas finas de polímero obtenidas se incluyeron en una resina epoxi y se preparó una sección ultra fina de la misma. Cuando la sección se observa con un microscopio electrónico de transmisión, una pluralidad de dominios cuyo componente principal era elastómero de poliamida y que tenía un diámetro promedio de partícula de 1430 nm estaba dispersa en partículas finas de polímero. El contenido de elastómero de poliamida en las partículas finas de polímero era del 8,5 % en volumen de acuerdo con la RMN ¹H. El punto de fusión de la poliamida transparente usada en este Ejemplo fue de 250 °C, y el elastómero de poliamida tenía un punto de fusión de 173 °C. De acuerdo con el método de cálculo, la poliamida transparente tenía un valor SP de 23,3 (J/cm³)^{1/2}, y el elastómero de poliamida tenía un valor SP de 20,2 (J/cm³)^{1/2}.

55 Ejemplo 7

<Método para producir partículas finas de polímero de material compuesto de elastómero de poliamida transparente/poliamida>

60 Se añadieron 18,9 g de poliamida transparente (peso molecular promedio en peso: 17.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "TROGAMID (marca registrada)" CX7323) como poliamida (A1), 2,1 g de elastómero de poliamida (peso molecular promedio en peso: 27.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "VESTAMID (marca registrada)" E55-S4) como polímero (A2), 31,5 g de poli (alcohol vinílico) (suministrado por Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd., "Gohsenol (marca registrada)" GM-14, peso molecular promedio en peso: 29.000, valor SP: 32,8 (J/cm³)^{1/2}) como polímero (B) y 287,0 g de N-metil-2-pirrolidona como disolvente orgánico en un autoclave de vidrio resistente a la

presión de 1000 ml (suministrado por Taiatsu Techno Corporation, Hyper Glaster, TEM-V1000N), se calentó hasta 180 °C después de realizar la sustitución de la atmósfera en el autoclave con nitrógeno en más de un 99 %, y se agitó durante 4 horas hasta que se disolvieron los polímeros. En ese momento, la concentración de oxígeno teóricamente es del 1 % o inferior. Después de esto, se gotearon 350 g de agua de intercambio iónico como mal disolvente a una velocidad de 11,7 g/min a través de una bomba de alimentación. En el momento en que se añadieron aproximadamente 200 g de agua de intercambio iónico el sistema viró a blanco. Después de que se hubo vertido toda la cantidad de agua, se bajó la temperatura mientras se agitaba, la suspensión obtenida se filtró, se llevó a cabo el lavado de re-suspensión añadiendo 700 g de agua de intercambio iónico, y las sustancias filtradas se secaron al vacío a 80 °C durante 10 horas para obtener 20,4 g de material sólido blanco. Cuando el polvo obtenido se observa mediante un microscopio electrónico de barrido, consiste en partículas finas de polímero que tienen forma de partículas verdaderamente esférica, un diámetro promedio de partículas de 10 µm, un índice de distribución del tamaño de partícula de 1,19, y una esfericidad de 92. Las partículas finas de polímero obtenidas se incluyeron en una resina epoxi y se preparó una sección ultra fina de la misma. Cuando la sección se observa con un microscopio electrónico de transmisión, una pluralidad de dominios cuyo componente principal era el elastómero de poliamida y que tenía un diámetro promedio de partícula de 1830 nm estaba dispersa en partículas finas de polímero. El contenido de elastómero de poliamida en las partículas finas de polímero era del 8,3 % en volumen de acuerdo con la RMN ¹H. El punto de fusión de la poliamida transparente usada en este Ejemplo fue de 250 °C, y el elastómero de poliamida tenía un punto de fusión de 171 °C. De acuerdo con el método de cálculo, la poliamida transparente tenía un valor SP de 23,3 (J/cm³)^{1/2}, y el elastómero de poliamida tenía un valor SP de 19,7 (J/cm³)^{1/2}.

Ejemplo 8

<Método para producir partículas finas de polímero de material compuesto de elastómero de poliamida transparente/poliamida>

Se añadieron 18,9 g de poliamida transparente (peso molecular promedio en peso: 17.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "TROGAMID (marca registrada)" CX7323) como poliamida (A1), 2,1 g de elastómero de poliamida (peso molecular promedio en peso: 27.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "VESTAMID (marca registrada)" E47-S4) como polímero (A2), 31,5 g de poli (alcohol vinílico) (suministrado por Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd., "Gohsenol (marca registrada)" GM-14, peso molecular promedio en peso: 29.000, valor SP: 32,8 (J/cm³)^{1/2}) como polímero (B) y 287,0 g de N-metil-2-pirrolidona como disolvente orgánico en un autoclave de vidrio resistente a la presión de 1000 ml (suministrado por Taiatsu Techno Corporation, Hyper Glaster, TEM-V1000N), se calentó hasta 180 °C después de realizar la sustitución de la atmósfera en el autoclave con nitrógeno en más de un 99 %, y se agitó durante 4 horas hasta que se disolvieron los polímeros. En ese momento, la concentración de oxígeno teóricamente es del 1 % o inferior. Después de esto, se gotearon 350 g de agua de intercambio iónico como mal disolvente a una velocidad de 20,0 g/min a través de una bomba de alimentación. En el momento en que se añadieron aproximadamente 200 g de agua de intercambio iónico el sistema viró a blanco. Después de que se hubo vertido toda la cantidad de agua, se bajó la temperatura mientras se agitaba, la suspensión obtenida se filtró, se llevó a cabo el lavado de re-suspensión añadiendo 700 g de agua de intercambio iónico, y las sustancias filtradas se secaron al vacío a 80 °C durante 10 horas para obtener 20,2 g de material sólido blanco. Cuando el polvo obtenido se observa mediante un microscopio electrónico de barrido, consiste en partículas finas de polímero que tienen forma de partículas verdaderamente esférica, un diámetro promedio de partículas de 14 µm, un índice de distribución del tamaño de partícula de 1,19, y una esfericidad de 90. Las partículas finas de polímero obtenidas se incluyeron en una resina epoxi y se preparó una sección ultra fina de la misma. Cuando la sección se observa con un microscopio electrónico de transmisión, una pluralidad de dominios cuyo componente principal era el elastómero de poliamida y que tenía un diámetro promedio de partícula de 2510 nm estaba dispersa en partículas finas de polímero. El contenido de elastómero de poliamida en las partículas finas de polímero era del 8,4 % en volumen de acuerdo con la RMN ¹H. El punto de fusión de la poliamida transparente usada en este Ejemplo fue de 250 °C, y el elastómero de poliamida tenía un punto de fusión de 168 °C. De acuerdo con el método de cálculo, la poliamida transparente tenía un valor SP de 23,3 (J/cm³)^{1/2}, y el elastómero de poliamida tenía un valor SP de 19,2 (J/cm³)^{1/2}.

Ejemplo 9

<Método para producir partículas finas de polímero de material compuesto de elastómero de poliamida transparente/poliamida>

Se añadieron 18,9 g de poliamida transparente (peso molecular promedio en peso: 17.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "TROGAMID (marca registrada)" CX7323) como poliamida (A1), 2,1 g de elastómero de poliamida (peso molecular promedio en peso: 27.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "VESTAMID (marca registrada)" E40-S1) como polímero (A2), 31,5 g de poli (alcohol vinílico) (suministrado por Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd., "Gohsenol (marca registrada)" GM-14, peso molecular promedio en peso: 29.000, valor SP: 32,8 (J/cm³)^{1/2}) como polímero (B) y 287,0 g de N-metil-2-pirrolidona como disolvente orgánico en un autoclave de vidrio resistente a la presión de 1000 ml (suministrado por Taiatsu Techno Corporation, Hyper Glaster, TEM-V1000N), se calentó hasta 180 °C después de realizar la sustitución de la atmósfera en el autoclave con nitrógeno en más de un 99 %, y a continuación se agitó durante 4 horas hasta que se disolvieron los polímeros. En ese momento, la concentración de oxígeno teóricamente es del 1 % o inferior. Después de esto, se gotearon 350 g de agua de intercambio iónico como

mal disolvente a una velocidad de 20,0 g/min a través de una bomba de alimentación. En el momento en que se añadieron aproximadamente 200 g de agua de intercambio iónico, el sistema viró a blanco. Después de que se hubo vertido toda la cantidad de agua, se bajó la temperatura mientras se agitaba, la suspensión obtenida se filtró, se llevó a cabo el lavado de re-suspensión añadiendo 700 g de agua de intercambio iónico, y las sustancias filtradas se secaron al vacío a 80 °C durante 10 horas para obtener 20,3 g de material sólido blanco. Cuando el polvo obtenido se observa mediante un microscopio electrónico de barrido, consiste en partículas finas de polímero que tienen forma de partículas verdaderamente esférica, un diámetro promedio de partículas de 17 µm, un índice de distribución del tamaño de partícula de 1,20, y una esfericidad de 88. Las partículas finas de polímero obtenidas se incluyeron en una resina epoxi y se preparó una sección ultra fina de la misma. Cuando la sección se observa con un microscopio electrónico de transmisión, una pluralidad de dominios cuyo componente principal era el elastómero de poliamida y que tenía un diámetro promedio de partícula de 3240 nm estaba dispersa en partículas finas de polímero. El contenido de elastómero de poliamida en las partículas finas de polímero era del 8,2 % en volumen de acuerdo con la RMN ¹H. El punto de fusión de la poliamida transparente usada en este Ejemplo fue de 250 °C, y el elastómero de poliamida tenía un punto de fusión de 167 °C. De acuerdo con el método de cálculo, la poliamida transparente tenía un valor SP de 23,3 (J/cm³)^{1/2}, y el elastómero de poliamida tenía un valor SP de 19,0 (J/cm³)^{1/2}.

Ejemplos 10-18

Se llevó a cabo para evaluar la resistencia a la fractura de las placas de resina epoxi curada a las que se añadieron las partículas finas de material compuesto de poliamida producidas en los Ejemplos 1-9 descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la Tabla 1. Las resistencias a la fractura se mejoran en 110-160 % en comparación con el caso en el que no se añaden las partículas finas de polímero, y en 10-37 % en comparación con el caso en el que se usaron las partículas que contienen un solo tipo de resina. Por lo tanto, las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con una forma de realización de la presente invención tenían el efecto de mejorar la resistencia a la fractura de manera significativa.

Ejemplo Comparativo 1

<Método para producir partículas finas de polímero compuesto que comprende solo un tipo de poliamida>

Se añadieron 31,5 g de poliamida transparente (peso molecular promedio en peso: 17.000, suministrado por Daicel-Evonik Ltd., "TROGAMID (marca registrada)" CX7323), 21,0 g de poli (alcohol vinílico) (suministrado por Nippon Synthetic Chemical Co., Ltd., "Gohsenol (marca registrada)" GM-14, peso molecular promedio en peso: 29.000, valor SP: 32,8 (J/cm³)^{1/2}) y 297,5 g de N-metil-2-pirrolidona como disolvente orgánico en un autoclave de vidrio resistente a la presión de 1000 ml (suministrado por Taiatsu Techno Corporation, Hyper Glaster, TEM-V1000N), se calentó hasta 180 °C después de realizar la sustitución de la atmósfera en el autoclave con nitrógeno en más de un 99 %, y a continuación se agitó durante 4 horas hasta que se disolvieron los polímeros. En ese momento, la concentración de oxígeno teóricamente es del 1 % o inferior. Después de esto, se gotearon 350 g de agua de intercambio iónico como mal disolvente a una velocidad de 2,92 g/min a través de una bomba de alimentación. En el momento en que se añadieron aproximadamente 200 g de agua de intercambio iónico, el sistema viró a blanco. Después de que se hubo vertido toda la cantidad de agua, se bajó la temperatura mientras se agitaba, la suspensión obtenida se filtró, se llevó a cabo el lavado de re-suspensión añadiendo 700 g de agua de intercambio iónico, y las sustancias filtradas se secaron al vacío a 80 °C durante 10 horas para obtener 30,9 g de material sólido blanco. Cuando el polvo obtenido se observa mediante un microscopio electrónico de barrido, consiste en partículas finas de polímero que tienen forma de partículas verdaderamente esférica, un diámetro promedio de partículas de 23 µm, un índice de distribución del tamaño de partícula de 1,12, y una esfericidad de 96. Las partículas finas de polímero obtenidas se incluyeron en una resina epoxi y se preparó una sección ultra fina de la misma. Cuando la sección se observa con un microscopio electrónico de transmisión, tenía una estructura homogénea en el interior de partículas. El punto de fusión de la poliamida transparente usada en este Ejemplo fue de 250 °C. De acuerdo con el método de cálculo, la poliamida transparente tenía un valor SP de 23,3 (J/cm³)^{1/2}.

Ejemplo Comparativo 2

<Método para producir partículas finas de polímero compuesto que comprende solo un tipo de poliamida>

Se añadieron 35,0 g de poliamida (peso molecular promedio en peso: 12.300, suministrado por EMS-CHEMIE (Japón) Ltd., "Grilamid (marca registrada)" TR55), 28,0 g de poli (alcohol vinílico) (suministrado por Nippon Synthetic Chemical Industry Co., Ltd., "Gohsenol (marca registrada)" GM-14, peso molecular promedio en peso: 29.000, valor SP: 32,8 (J/cm³)^{1/2}) y 287,0 g de N-metil-2-pirrolidona como disolvente orgánico en un autoclave de vidrio resistente a la presión de 1000 ml (suministrado por Taiatsu Techno Corporation, Hyper Glaster, TEM-V1000N), se calienta hasta 180 °C después de realizar la sustitución de la atmósfera en el autoclave con nitrógeno en más de un 99 %, y a continuación se agitó durante 4 horas hasta que se disolvieron los polímeros. En ese momento, la concentración de oxígeno teóricamente es del 1 % o inferior. Después de esto, se gotearon 350 g de agua de intercambio iónico como mal disolvente a una velocidad de 2,92 g/min a través de una bomba de alimentación. En el momento en que se añadieron aproximadamente 200 g de agua de intercambio iónico, el sistema viró a blanco. Después de que se hubo vertido toda la cantidad de agua, se bajó la temperatura mientras se agitaba, la suspensión obtenida se filtró,

se llevó a cabo el lavado de re-suspensión añadiendo 700 g de agua de intercambio iónico, y las sustancias filtradas se secaron al vacío a 80 °C durante 10 horas para obtener 33,8 g de material sólido blanco. Cuando el polvo obtenido se observa mediante un microscopio electrónico de barrido, consiste en partículas finas de polímero que tienen forma de partículas verdaderamente esférica, un diámetro promedio de partículas de 21 µm, un índice de distribución del tamaño de partícula de 1,19, y una esfericidad de 95. Las partículas finas de polímero obtenidas se incluyeron en una resina epoxi y se preparó una sección ultra fina de la misma. Cuando la sección se observa con un microscopio electrónico de transmisión, tenía una estructura homogénea en el interior de partículas. La poliamida transparente usada en este Ejemplo no tenía el punto de fusión, pero tenía una temperatura de transición vítrea de 150 °C. De acuerdo con el método de cálculo, la poliamida tenía un valor SP de 23,3 (J/cm³)^{1/2}.

Ejemplos comparativos 3 y 4

Se llevó a cabo para evaluar la resistencia a la fractura de las placas de resina epoxi curada a la que se añadieron las partículas finas de material compuesto de poliamida producidas en los Ejemplos Comparativos 1 y 2 descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo comparativo 5

Las resistencias a la fractura se evaluaron mediante la preparación de las placas curadas de una manera similar a la preparación de las placas de resina epoxi curada en los Ejemplos descritos anteriormente, excepto por que las partículas finas de polímero no se han añadido a las placas. Los resultados de los Ejemplos 10-18 y Ejemplos Comparativos 3-5 se muestran en la Tabla 1.

[Tabla 1]

	Partículas	Esfericidad	Diámetro promedio de las partículas de polímero (µm)	Diámetro promedio de partícula de dominio (nm)	Valor relativo de la resistencia a la fractura (K _{IC})
Ejemplo 10	Ejemplo 1	96	27	410	2,1
Ejemplo 11	Ejemplo 2	95	29	470	2,2
Ejemplo 12	Ejemplo 3	96	24	520	2,2
Ejemplo 13	Ejemplo 4	96	23	580	2,4
Ejemplo 14	Ejemplo 5	94	25	610	2,5
Ejemplo 15	Ejemplo 6	93	10	1430	2,3
Ejemplo 16	Ejemplo 7	92	10	1830	2,4
Ejemplo 17	Ejemplo 8	90	14	2510	2,6
Ejemplo 18	Ejemplo 9	88	17	3240	2,6
Ejemplo comparativo 3	Ejemplo Comparativo 1	96	23	-	1,9
Ejemplo Comparativo 4	Ejemplo Comparativo 2	95	21	-	1,7
Ejemplo comparativo 5	Ninguna	-	-	-	1,0

Aplicabilidad Industrial

Las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con la presente invención son adecuadas para varios usos industriales, tales como modificadores de resina epoxi, diversos separadores, agentes de glaseado para pinturas, abrasivos, fijadores para pigmentos, lubricantes sólidos, deslizantes, y decapantes.

REIVINDICACIONES

1. Partículas finas de material compuesto de poliamida que comprenden una poliamida (A1) que tiene un punto de fusión o una temperatura de transición vítrea superior a 100 °C y un polímero (A2) diferente de dicha poliamida (A1),
 5 **caracterizado por que** dicho polímero (A2) comprende al menos uno seleccionado del grupo que consiste en una poliamida diferente de dicha poliamida (A1), un elastómero de poliamida, un poliéster, un elastómero de poliéster, un poliarilato amorfo, un policarbonato, una polietersulfona, un éter de poliarileno, una polieterimida, una poliamidaimida, una poliéter cetona y una polieteréter cetona, dichas partículas finas de material compuesto de poliamida tienen una estructura de dispersión en la que una pluralidad de dominios, que tiene cada uno un diámetro
 10 de partícula de 0,05 a 100 µm, cuyo componente principal es dicho polímero (A2), se dispersan en una matriz que tiene dicha poliamida (A1) como su componente principal, y dichas partículas finas de material compuesto de poliamida tienen un diámetro promedio de partícula de 0,1 a 500 µm y una esfericidad de 80 o superior, en el que, cuando los parámetros de solubilidad de dicha poliamida (A1) y dicho polímero (A2) se denominan δ_{A1} y δ_{A2} , respectivamente, se satisface una relación de $|\delta_{A1} - \delta_{A2}| \geq 0,1$ (J/cm³)^{1/2};
 15 midiéndose el diámetro de partícula de los dominios con el componente principal (A2) incorporando las partículas finas de polímero en una resina epoxi para microscopía electrónica y el curado de la misma, preparando una muestra mediante la técnica de sección congelada con un espesor de 0,1 µm, observando secciones transversales de partículas por microscopía electrónica de transmisión, midiendo las áreas de sección transversal de 50 dominios seleccionados al azar de la fotografía obtenida del microscopio electrónico de transmisión y definiendo el diámetro
 20 de partícula como un promedio de los diámetros de los círculos verdaderos obtenidos de acuerdo con la siguiente ecuación de conversión mediante la conversión de cada uno de los 50 dominios a un círculo verdadero que tiene un área equivalente a la del dominio correspondiente; por lo que si existen menos de 50 dominios en una sola partícula, la medición se lleva a cabo seleccionando 50 dominios al azar a partir de fotografías de sección transversal de dos o más partículas:

[Mat. 1]

$$D_{dominio} = \frac{\sum_{i=1}^n \sqrt{4S_i / \pi}}{n}$$

- 25 en la que $D_{dominio}$ representa el diámetro de partícula de los dominios, S_i representa el área de la sección transversal de cada dominio y n representa el número de mediciones (50); midiéndose el diámetro promedio de partícula de las partículas finas de material compuesto de poliamida midiendo los diámetros de 100 partículas seleccionadas al azar a partir de una fotografía de microscopio electrónico de barrido
 30 y el cálculo de su media aritmética; y midiéndose la esfericidad de las partículas finas de material compuesto de poliamida midiendo el diámetro más largo y el diámetro más corto de 30 partículas seleccionadas al azar durante la observación de las partículas usando microscopía electrónica de barrido y calculando a continuación el valor de acuerdo con la siguiente ecuación:

[Mat. 4]

$$S = \frac{\sum_{i=1}^n (D_{Si} / D_{Li})}{n} \times 100$$

- 35 en la que S representa la esfericidad, D_{Si} representa el diámetro más corto, D_{Li} representa el diámetro más largo y n representa el número de mediciones (30).

2. Las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con la reivindicación 1, en las que el contenido de dicho polímero (A2) está en un intervalo del 0,1 al 50 % en volumen con respecto a la totalidad de dichas partículas finas de material compuesto de poliamida.

3. Las partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en las que el índice de distribución del tamaño de partícula de dichas partículas finas de material compuesto de poliamida se encuentra en un intervalo de 1 a 3;
 45 calculándose el índice de distribución del tamaño de partícula a partir del diámetro de cada partícula de acuerdo con la siguiente ecuación de conversión:

[Mat. 3]

$$D_n = \sum_{i=1}^n D_i / n$$

$$D_v = \sum_{i=1}^n D_i^4 / \sum_{i=1}^n D_i^3$$

$$PDI = D_v / D_n$$

en la que D_i representa el diámetro de cada partícula, n representa el número de mediciones (100), D_n representa el diámetro promedio de partícula en número, D_v representa el diámetro promedio de partícula en volumen y PDI representa el índice de distribución del tamaño de partícula.

- 5
4. Un método para producir partículas finas de material compuesto de poliamida, **caracterizado por que**, en un sistema que, cuando una poliamida (A1), un polímero (A2) diferente de dicha poliamida (A1), dicho polímero (A2) que comprende al menos uno seleccionado del grupo que consiste en una poliamida diferente de dicha poliamida (A1), un elastómero de poliamida, un poliéster, un elastómero de poliéster, un poliarilato amorfo, un policarbonato, una polietersulfona, un éter de poliarileno, una polieterimida, una poliamidaimida, una poliéter cetona y una polieteréter cetona y al menos un polímero (B) seleccionado del grupo que consiste en un poli(alcohol vinílico), un poli(etilenglicol), un derivado de celulosa y una poliacrilamida se disuelven en un disolvente orgánico y se mezclan juntos, provoca la separación de fases en dos fases de una fase de solución que tiene un componente (A1) y un componente (A2) como sus principales componentes y una fase de solución que tiene un componente (B) como su componente principal, después de que se forme una emulsión, dicho componente (A1) se precipita al poner en contacto un mal disolvente para dicho componente (A1) con dicha emulsión, en el que, cuando los parámetros de solubilidad de dicha poliamida (A1), dicho polímero (A2) y dicho polímero (B) se denominan δ_{A1} , δ_{A2} y δ_B , respectivamente, se satisfacen las relaciones $|\delta_{A1} - \delta_{A2}| \geq 0,1 [(J/cm^3)^{1/2}]$ y $|\delta_B - \delta_{A1}| \geq 1 [(J/cm^3)^{1/2}]$ y se satisface una relación de cualquiera de $\delta_B > \delta_{A1} > \delta_{A2}$ o $\delta_B < \delta_{A1} < \delta_{A2}$.
- 10
- 15
- 20
5. El método para producir partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la poliamida (A1) tiene un punto de fusión o una temperatura de transición vítrea superior a 100 °C.
- 25
6. El método para producir partículas finas de material compuesto de poliamida de acuerdo con la reivindicación 4 o la reivindicación 5, en el que dicho disolvente orgánico comprende al menos uno seleccionado del grupo que consiste en N-metil-2-pirrolidona, dimetilsulfóxido, N,N-dimetilformamida, N,N-dimetilacetamida y 1,3-dimetil-2-imidazolidinona.

FIG. 1

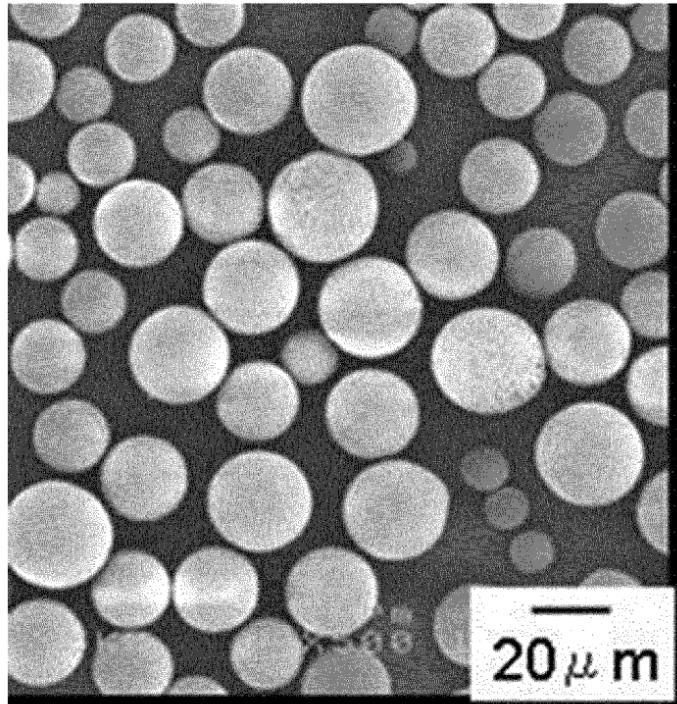


FIG. 2

