

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 683 705**

51 Int. Cl.:

B29C 70/12	(2006.01) B29B 9/14	(2006.01)
C08J 5/04	(2006.01) B29B 9/16	(2006.01)
C08J 5/08	(2006.01) B29B 7/90	(2006.01)
C08K 7/14	(2006.01) B29L 12/00	(2006.01)
C08K 9/06	(2006.01) B29C 47/10	(2006.01)
C08K 9/04	(2006.01) B29C 47/38	(2006.01)
C08L 77/06	(2006.01) B29C 47/60	(2006.01)
B29C 70/46	(2006.01)	
B29B 7/38	(2006.01)	
B29B 9/06	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.04.2013 PCT/IB2013/000731**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **17.10.2013 WO13153443**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.04.2013 E 13718624 (3)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.05.2018 EP 2836353**

54 Título: **Material de moldeo compuesto, lana de vidrio tratada en superficie, y método para fabricar material de moldeo compuesto**

30 Prioridad:
10.04.2012 JP 2012089067

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.09.2018

73 Titular/es:
**FUJITA, MASANORI (100.0%)
4-21-19 Higashioku, Arakawa-ku
Tokyo 116-0012, JP**

72 Inventor/es:
**FUJITA, MASANORI;
TSUKAMOTO, MASAYA y
MURAKAMI, TORU**

74 Agente/Representante:
ZUAZO ARALUZE, Alexander

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 683 705 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).

MATERIAL DE MOLDEO COMPUESTO. LANA DE VIDRIO TRATADA EN SUPERFICIE, Y MÉTODO PARA FABRICAR MATERIAL DE MOLDEO COMPUESTO

DESCRIPCIÓN

- 5 **Antecedentes de la invención**
- 10 **1. Campo de la invención**
- 10 La presente invención se refiere a un material de moldeo compuesto obtenido amasando lana de vidrio en una resina termoplástica y a un método para fabricar un material de moldeo compuesto.
- 15 **2. Descripción de la técnica relacionada**
- 15 Se han usado plásticos para diversos fines porque son ligeros. Sin embargo, los plásticos tienen bajos módulos de elasticidad y por tanto no son adecuados como materiales estructurales. Por tanto, cuando se combina un plástico con un material que tiene un alto módulo de elasticidad tal como fibras de vidrio en un material compuesto, es posible usar el material compuesto como material ligero y de alta resistencia. Además de fibras de vidrio, se conocen fibras de carbono, fibras de resina que tienen una alta resistencia, Kevlar, Dyneema y similares como materiales de refuerzo para formar materiales compuestos.
- 20 Tales materiales compuestos se han usado en una amplia gama de campos tales como piezas de mecanismos mecánicos, piezas eléctricas, piezas de aeronaves, piezas de barcos, piezas de automóviles, piezas de oficinas, materiales de construcción, productos de fibra y artículos diversos. Sin embargo, si se dispersan fibras de manera no uniforme en una resina, pueden producirse inconveniencias tales como la aparición de deformación durante el uso de un producto fabricado a partir del material compuesto. Por tanto, resulta importante dispersar de manera uniforme las fibras en la resina.
- 25 El método para mezclar y dispersar fibras en una resina se divide generalmente en dos tipos. Uno es un método en el que se infiltran fibras en un plástico mientras están orientadas. El otro es un método en el que se dispersan fibras de vidrio en una resina.
- 30 En el primer método, las fibras se conforman previamente para dar una forma de malla uniforme y después se infiltran en el plástico. Por tanto, es posible dispersar de manera uniforme las fibras en la resina. Sin embargo, generalmente es necesario laminar una pluralidad de capas de fibras delgadas de manera que sus direcciones de fibras son diferentes unas de otras, y se repite un procedimiento de laminar una capa de fibras y curar un plástico. Por tanto, el coste de fabricación aumenta.
- 35 Mientras tanto, en el segundo método, se reduce el número de procedimientos dado que las fibras de vidrio se amasan en la resina, pero supone un reto dispersar de manera uniforme las fibras de vidrio en la resina. Se conocen fibras que tienen un diámetro de fibra de aproximadamente 10 a 18 μm (véase la publicación de solicitud de patente japonesa n.º 2009-7179 (documento JP 2009-7179 A)), fibras que tienen un diámetro de fibra de aproximadamente 10 a 20 μm (véase la publicación de solicitud de patente japonesa n.º 2007-277391 (documento JP2007-277391 A)), y similares, como fibras de vidrio para dispersarse en resinas. Generalmente se usan hebras discontinuas. Las hebras discontinuas se obtienen cortando, a una longitud predeterminada, fibra de vidrio obtenida recopilando de 50 a 200 fibras individuales que tienen los diámetros anteriores.
- 40 Para amasar hebras discontinuas en una resina, se calientan el material de resina y las hebras discontinuas y se amasan juntos con una prensa extrusora, y se funde la resina y se extruye para formar un producto. Un producto se fabrica específicamente mediante un procedimiento de dos etapas en el que inicialmente se producen aglomerados de resina en los que están dispersadas de manera uniforme fibras de vidrio extruidas, después se alimentan a una máquina de moldeo por inyección, se calientan y se amasan dentro de la máquina de moldeo, se funden y se inyectan en un molde para conformarse para obtener una forma, o mediante un procedimiento de una etapa en el que el amasado y el moldeo por inyección se llevan a cabo de manera secuencial.
- 45 Se han investigado diversos dispersantes tales como silicio para dispersar de manera uniforme fibras de vidrio en una resina cuando se amasan las hebras discontinuas anteriores en la resina. Sin embargo, dado que el diámetro de fibra de las hebras discontinuas oscila entre 10 y 18 μm , cuando se moldea por inyección una resina que tiene un contenido en fibra del 20 al 50% para tener una forma de pared delgada (un grosor de 1 mm o menos), la dispersibilidad uniforme de las fibras se deteriora, y existe una posibilidad de que la suavidad de superficie del artículo moldeado por inyección no sea favorable, por ejemplo, la superficie del artículo moldeado por inyección es rugosa, o las fibras aparecen en la superficie. Particularmente, dado que las fibras que aparecen en la superficie de resina son vidrio, las fibras tienen una alta dureza y sirven como abrasivos. Por tanto, existe una preocupación de que las fibras dañen un aparato o similar. Además, a medida que se aumenta la proporción de las hebras discontinuas en el material de moldeo compuesto, aumenta la viscosidad del material de moldeo compuesto durante el amasado, y por tanto aumenta la carga sobre un rodillo o una boquilla de inyección de una amasadora. En el
- 50
- 55
- 60
- 65

procedimiento de fabricación real, resulta muy difícil hacer que el contenido en fibra en el material de moldeo compuesto sea del 50% o superior.

5 Con el fin de resolver el problema anterior, la publicación de solicitud de patente japonesa n.º 2011-183638 (documento JP 2011-183638 A) describe las siguientes técnicas. (1) Cuando lana de vidrio que tiene un diámetro de fibra de 3 a 6 μm menor que el diámetro de fibra de hebras discontinuas y que tiene una longitud de fibra promedio de aproximadamente 300 a 1000 μm antes de amasarse con una resina termoplástica se trata en superficie pulverizando una disolución que contiene un agente de acoplamiento de silano y un agente de formación de película, es posible dispersar la lana de vidrio en la resina termoplástica. (2) Cuando se usa lana de vidrio que tiene una longitud de fibra y un diámetro de fibra menores que los de fibras de vidrio largas como material de refuerzo, moldear para dar una forma de pared delgada se vuelve fácil, con el resultado de que se reduce el aspecto defectuoso aunque se fabrique un artículo moldeado por inyección que tiene un grosor de 1 mm o menos.

15 Se obtiene lana de vidrio convirtiendo vidrio, fundido a una alta temperatura, en fibras finas. La lana de vidrio puede producirse a partir de vidrio reciclado y por tanto permite usar recursos de manera eficaz y también es excelente en cuanto a un efecto de aislamiento térmico como material de construcción para casas.

20 Sin embargo, dado que la lana de vidrio descrita en el documento JP 2011-183638 A son materiales floculados que tienen un diámetro de fibra muy pequeño en comparación con hebras discontinuas, aunque la lana de vidrio tenga una longitud de fibra promedio constante antes de amasarse con una resina termoplástica, la lana de vidrio tiende a cortarse cuando está amasándose con la resina termoplástica. Como resultado, un material de moldeo compuesto obtenido tiene un inconveniente de que tiene un efecto de refuerzo inferior en comparación con un material de moldeo compuesto en el que se amasan hebras discontinuas. Particularmente, a medida que se aumenta la cantidad añadida de la lana de vidrio, la lana de vidrio tiende adicionalmente a cortarse durante el amasado. Por tanto, existe una posibilidad de que la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto obtenido tras amasar la lana de vidrio con la resina termoplástica se convierta finalmente en una forma próxima a la de una partícula de vidrio.

30 En el documento WO2009/064041 A1 se da a conocer un método para preparar fibras de vidrio modificadas en superficie uniendo una monocapa de un derivado de aminocalixareno o un derivado de iminocalixareno sobre la superficie de las fibras de vidrio. Las fibras de vidrio modificadas se usan para preparar tiras de genotipado que permiten inmovilizar oligo-ADN que tienen bases de guanina consecutivas sobre las fibras de vidrio modificadas.

35 Sumario de la invención

Con respecto a la presente invención, se ha encontrado recientemente que cuando se calienta lana de vidrio y se añade a una resina termoplástica amasando la lana de vidrio en la resina termoplástica, la lana de vidrio en un material de moldeo compuesto obtenido es difícil de cortar en comparación con el caso en el que la lana de vidrio se añade sin calentarse, y la lana de vidrio se dispersa en la resina termoplástica manteniendo su longitud de fibra relativamente larga, con el resultado de que es posible mejorar el efecto de refuerzo del material de moldeo compuesto. Además, se ha encontrado recientemente que cuando se usa lana de vidrio tratada con calixareno como lubricante y opcionalmente con un agente de acoplamiento de silano, es posible amasar más lana de vidrio en el material de moldeo compuesto manteniéndose su longitud de fibra.

45 La presente invención proporciona: un material de moldeo compuesto tal como se define en la reivindicación 1, y un método para fabricar un material de moldeo compuesto tal como se define en la reivindicación 4.

50 La presente invención se refiere a un material de moldeo compuesto que se forma amasando al menos lana de vidrio en una resina termoplástica, en el que la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto tiene un diámetro de fibra de 1 a 7 μm , una longitud de fibra promedio de 30 a 300 μm , y una relación de aspecto de no menos de 10.

El diámetro de fibra de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto puede ser de 3 a 4 μm .

55 La lana de vidrio se trata en superficie con un calixareno tal como se define a continuación.

La lana de vidrio puede tratarse adicionalmente en superficie con un agente de acoplamiento.

60 La lana de vidrio puede calentarse hasta una temperatura que se encuentra dentro del intervalo de una temperatura 150°C inferior hasta una temperatura 50°C superior a la temperatura de la resina termoplástica fundida, y amasarse.

La lana de vidrio puede calentarse hasta una temperatura que se encuentra dentro del intervalo de una temperatura 100°C inferior hasta una temperatura 20°C superior a la temperatura de la resina termoplástica fundida, y amasarse.

65 La lana de vidrio puede calentarse hasta una temperatura que se encuentra dentro del intervalo de una temperatura 50°C inferior hasta una temperatura 20°C superior a la temperatura de la resina termoplástica fundida, y amasarse.

La lana de vidrio puede calentarse hasta la misma temperatura que la de la resina termoplástica fundida, y amasarse.

5 Según la presente invención el material de moldeo compuesto se fabrica mediante un método, en el que se amasa al menos lana de vidrio en una resina termoplástica. El método incluye: calentar la lana de vidrio hasta una temperatura que se encuentra dentro del intervalo de una temperatura 150°C inferior hasta una temperatura 50°C superior a la temperatura de la resina termoplástica fundida; y añadir la lana de vidrio calentada a la resina termoplástica fundida.

10 La lana de vidrio puede calentarse hasta una temperatura que se encuentra dentro del intervalo de una temperatura 100°C inferior hasta una temperatura 20°C superior a la temperatura de la resina termoplástica fundida, y añadirse a la resina termoplástica fundida.

15 La lana de vidrio puede calentarse hasta una temperatura que se encuentra dentro del intervalo de una temperatura 50°C inferior hasta una temperatura 20°C superior a la temperatura de la resina termoplástica fundida, y añadirse a la resina termoplástica fundida.

La lana de vidrio puede calentarse hasta la misma temperatura que la de la resina termoplástica fundida.

20 Según la presente invención la lana de vidrio se trata en superficie con un calixareno.

La lana de vidrio puede tratarse adicionalmente en superficie con agente de acoplamiento de silano.

25 Con el material de moldeo compuesto según la presente invención, dado que la lana de vidrio se calienta y se añade a la resina termoplástica, la lana de vidrio añadida como material es difícil de cortar en comparación con el caso en el que la lana de vidrio se añade sin calentarse, y la lana de vidrio se dispersa en la resina termoplástica manteniendo su longitud de fibra larga. Por tanto, el material de moldeo compuesto es excelente en cuanto a un efecto de refuerzo y flexibilidad, y es posible usar el material de moldeo compuesto para piezas electrónicas conformadas como películas delgadas, y similares.

30 Además, dado que la lana de vidrio se trata con el calixareno, y opcionalmente con el agente de acoplamiento de silano, la lana de vidrio es difícil de cortar durante el amasado con una resina termoplástica, y es posible aumentar la cantidad de la lana de vidrio que puede amasarse en la resina termoplástica. Como resultado, un material de moldeo compuesto obtenido tiene propiedades retardantes de la llama mejoradas y tiene una estabilidad de resistencia térmica mejorada cuando se usa en un dispositivo electrónico o similar. Además, existe una preocupación de que se produzca distorsión o similar si el contenido de la resina termoplástica es alto, pero cuando se contiene una gran cantidad de la lana de vidrio, se mejora la estabilidad dimensional.

40 Además, según la presente invención, es posible dispersar una gran cantidad de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto manteniendo su longitud de fibra. Por tanto, proporcionando un material de moldeo compuesto que tiene un alto contenido en lana de vidrio como aglomerados, es posible amasar los aglomerados con una resina termoplástica que no contiene lana de vidrio y llevar a cabo moldeo por inyección y moldear fácilmente un producto que contiene una cantidad deseada de la lana de vidrio.

45 **Breve descripción de los dibujos**

A continuación se describirán características, ventajas e importancia técnica e industrial de realizaciones a modo de ejemplo de la invención con referencia a los dibujos adjuntos, en los que números iguales representan elementos iguales, y en los que:

50 la figura 1 es una fotografía que sustituye a un dibujo y es una microfotografía óptica de lana de vidrio tras calentar aglomerados producidos en el ejemplo 1 hasta 500°C para quemar y eliminar nailon 66;

55 la figura 2 es una fotografía que sustituye a un dibujo y es una microfotografía óptica de lana de vidrio tras calentar aglomerados producidos en el ejemplo 2 hasta 500°C para quemar y eliminar nailon 66;

la figura 3 es una fotografía que sustituye a un dibujo y es una microfotografía óptica de lana de vidrio tras calentar aglomerados producidos en el ejemplo 3 hasta 500°C para quemar y eliminar nailon 66;

60 la figura 4 es una fotografía que sustituye a un dibujo y es una microfotografía óptica de lana de vidrio tras calentar aglomerados producidos en el ejemplo 4 hasta 500°C para quemar y eliminar nailon 66;

65 la figura 5 es una fotografía que sustituye a un dibujo y es una microfotografía óptica de lana de vidrio tras calentar aglomerados producidos en el ejemplo 5 hasta 500°C para quemar y eliminar nailon 66;

la figura 6 es una fotografía que sustituye a un dibujo y es una microfotografía óptica de lana de vidrio tras calentar

aglomerados producidos en el ejemplo 6 hasta 500°C para quemar y eliminar nailon 66;

la figura 7 es una fotografía que sustituye a un dibujo y es una microfotografía óptica de lana de vidrio tras calentar aglomerados producidos en el ejemplo de referencia 1 hasta 500°C para quemar y eliminar nailon 66;

la figura 8 es una fotografía que sustituye a un dibujo y es una microfotografía óptica de lana de vidrio tras calentar aglomerados producidos en el ejemplo de referencia 2 hasta 500°C para quemar y eliminar nailon 66;

la figura 9 es una fotografía que sustituye a un dibujo y es una microfotografía óptica de lana de vidrio tras calentar aglomerados producidos en el ejemplo comparativo 1 hasta 500°C para quemar y eliminar nailon 66;

la figura 10 es una fotografía que sustituye a un dibujo y es una microfotografía óptica de lana de vidrio tras calentar aglomerados producidos en el ejemplo comparativo 2 hasta 500°C para quemar y eliminar nailon 66; y

la figura 11 es una fotografía que sustituye a un dibujo y es una fotografía de probetas producidas en los ejemplos de referencia 3 y 4, tras el final de un ensayo de resistencia a la tracción.

Descripción detallada de realizaciones

A continuación en el presente documento, se describirán en detalle un material de moldeo compuesto, una lana de vidrio tratada en superficie y un método para fabricar un material de moldeo compuesto según una realización de la presente invención.

En primer lugar, una resina termoplástica que forma el material de moldeo compuesto según la realización de la presente invención no está particularmente limitada siempre que permita dispersar lana de vidrio en la misma. Ejemplos de la resina termoplástica incluyen resinas termoplásticas existentes, tales como plásticos de uso general, plásticos de ingeniería y plásticos de superingeniería. Ejemplos específicos de plásticos de uso general incluyen polietileno (PE), polipropileno (PP), poli(cloruro de vinilo) (PVC), poli(cloruro de vinilideno), poliestireno (PS), poli(acetato de vinilo) (PVAc), politetrafluoroetileno (PTFE), resina de acrilonitrilo-butadieno-estireno (resina de ABS), copolímero de estireno-acrilonitrilo (resina de AS) y resina acrílica (PMMA). Ejemplos específicos de plásticos de ingeniería incluyen poliamida (PA), normalmente nailon, poliacetato (POM), policarbonato (PC), éter de polifenileno modificado (m-PPE, PPE modificado, PPO), poli(tereftalato de butileno) (PBT), poli(tereftalato de etileno) (PET), poliestireno sindiotáctico (SPS) y poliolefina cíclica (COP). Ejemplos específicos de plásticos de superingeniería incluyen poli(sulfuro de fenileno) (PPS), politetrafluoroetileno (PTFE), polisulfona (PSF), polietersulfona (PES), poliarilato amorfo (PAR), poli(éter éter cetona) (PEEK), poliamida termoplástica (PI) y poliamidaimida (PAI). Estas resinas pueden usarse de manera individual, o pueden usarse dos o más de estas resinas en combinación.

Las resinas anteriores pueden clasificarse en resinas cristalinas y resinas no cristalinas. Una resina cristalina puede mejorar las prestaciones de refuerzo cuando se dispersa lana de vidrio en la misma. Cuando se dispersa lana de vidrio en una resina cristalina tal como PP, POM, PBT, PA, SPS y PPS, es posible mejorar las prestaciones de refuerzo.

En la realización de la presente invención, la lana de vidrio significa fibras de vidrio floculadas que tienen un diámetro de fibra de 1 a 7 μm y una longitud de fibra de 300 a 1000 μm antes de amasarse con una resina termoplástica, y son totalmente diferentes de hebras discontinuas que se obtienen cortando, a una longitud predeterminada, fibra de vidrio obtenida recopilando de 50 a 200 fibras individuales que tienen un diámetro de fibra de 10 a 18 μm . Debe observarse que a continuación la lana de vidrio antes de amasarse con la resina termoplástica se describe simplemente como "lana de vidrio", y la lana de vidrio en un material de moldeo compuesto obtenido tras amasarse con la resina termoplástica se describe como "lana de vidrio en un material de moldeo compuesto".

Con respecto a la lana de vidrio, si el peso es el mismo, a medida que disminuye el diámetro de fibra, el área de superficie aumenta, el área de adhesión a la resina termoplástica aumenta, y por tanto la resistencia de un material de moldeo compuesto obtenido aumenta. Por otro lado, si el diámetro de fibra es demasiado pequeño, las fibras tienden a cortarse cuando se amasan con la resina termoplástica. Además, el volumen y la flexibilidad aumentan en exceso, y resulta difícil amasar de manera uniforme la lana de vidrio en la resina termoplástica. Por tanto, el diámetro de fibra puede ser de 3 a 4 μm . Además, si la longitud de fibra promedio de la lana de vidrio es de menos de 300 μm , cuando se tiene en cuenta el corte de la lana de vidrio mediante una carga durante el amasado, la relación de aspecto de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto disminuye y el efecto de refuerzo es insuficiente. Si la longitud de fibra promedio de la lana de vidrio supera 1000 μm , la dispersión de la lana de vidrio en la resina termoplástica es insuficiente, la lana de vidrio se enreda entre sí, y se atrapa aire entre las fibras, provocando huecos.

La relación de aspecto de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto puede ser de no menos de 10 y puede ser de no menos de 15. Si la relación de aspecto es de menos de 10, no se obtiene un efecto de refuerzo suficiente.

La lana de vidrio se fabrica haciendo rotar un hilador que tiene un gran número de pequeños orificios de aproximadamente 1 mm en su periferia, a una alta velocidad para emitir vidrio fundido. Este procedimiento de fabricación se denomina generalmente método de centrifugación, y es posible fabricar de manera económica lana de vidrio fina de aproximadamente 1 a 7 μm ajustando la viscosidad del vidrio fundido y la velocidad de rotación. Aparte del método de centrifugación, existe un método de llama y un método que es una combinación de un método de centrifugación y un método de llama.

Además, aunque la lana de vidrio puede fabricarse mediante el método anterior, puede usarse un producto comercialmente disponible como lana de vidrio, y ejemplos del mismo incluyen WR800 (diámetro de fibra promedio: 4,0 μm , longitud de fibra promedio: 15 mm) fabricado por MAG-ISOVER K.K. Sin embargo, tal como se describió anteriormente, si la longitud de fibra promedio de la lana de vidrio supera 1000 μm , la dispersión de la lana de vidrio en la resina termoplástica es insuficiente, la lana de vidrio se enreda entre sí, y se atrapa aire entre las fibras, provocando huecos. Por tanto, cuando se usa tal lana de vidrio, es necesario ajustar la longitud de fibra promedio a una longitud de 300 a 1000 μm secando y pulverizando la lana de vidrio tras aplicar un agente de tratamiento en superficie a la lana de vidrio.

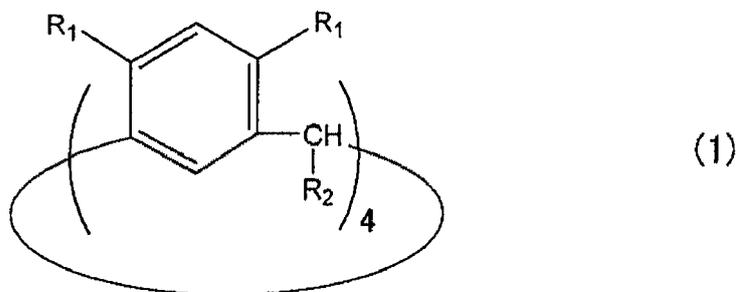
La lana de vidrio es un material inorgánico, y la resina termoplástica es un material orgánico. Por tanto, cuando simplemente se dispersa la lana de vidrio en la resina termoplástica, la adhesividad entre la lana de vidrio y la resina termoplástica es débil. Por tanto, tras tratar en superficie la lana de vidrio con un agente de acoplamiento de silano, puede dispersarse la lana de vidrio en la resina termoplástica.

El agente de acoplamiento de silano no está particularmente limitado, y puede determinarse teniendo en cuenta la reactividad con la resina termoplástica que forma el material de moldeo compuesto, estabilidad térmica y similares. Ejemplos del agente de acoplamiento de silano incluyen un agente de acoplamiento basado en aminosilano, un agente de acoplamiento basado en epoxisilano, un agente de acoplamiento basado en alilosilano y un agente de acoplamiento basado en vinilsilano. Pueden usarse productos comercialmente disponibles tales como la serie Z fabricada por Dow Corning Toray Co., Ltd., la serie KBM y la serie KBE fabricadas por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., y productos fabricados por JNC Corporation como estos agentes de acoplamiento de silano.

Es posible llevar a cabo un tratamiento en superficie en la lana de vidrio disolviendo el agente de acoplamiento de silano anterior en un disolvente, pulverizando la disolución en la lana de vidrio y secando la lana de vidrio. El porcentaje en peso del agente de acoplamiento de silano con respecto a la lana de vidrio puede ser del 0,1 al 2,0% en peso, puede ser del 0,15 al 0,4% en peso, y puede ser además del 0,24% en peso.

En la realización de la presente invención, la lana de vidrio se trata en superficie con un calixareno como lubricante. El lubricante calixareno mejora el deslizamiento de la lana de vidrio para permitir dispersar fácilmente la lana de vidrio en la resina termoplástica cuando se amasa la lana de vidrio en la resina termoplástica. Un lubricante generalmente usado es aceite de silicio. Dado que el silicio es aceite, el silicio tiene una escasa afinidad con la resina termoplástica. Sin embargo, dado que el calixareno es una resina de fenol, el calixareno mejora el deslizamiento de la lana de vidrio. Además, dado que el calixareno tiene una excelente afinidad con la resina termoplástica, el calixareno permite aumentar la cantidad añadida de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto al tiempo que se mantiene la longitud de fibra de la lana de vidrio.

El calixareno es un oligómero cíclico en el que una pluralidad (por ejemplo, en el intervalo de 4 a 8) de unidades de fenol o unidades de resorcina se unen en un patrón circular. Los ejemplos de tetrámeros incluyen un tetrámero cíclico de resorcina representado por la siguiente fórmula (1).

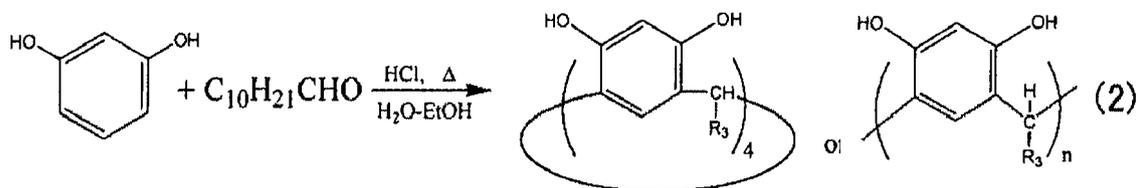


(en la que R₁ representa un grupo hidroxilo, y R₂ representa un grupo alquilo lineal o grupo fenilo que tiene de 1 a 17 átomos de carbono).

En un método para fabricar el calixareno representado por la fórmula anterior (1), se hace que resorcinol o un derivado de resorcinol reaccione con un compuesto aldehído (paraformaldehído o paraldehído) a una razón molar

predeterminada en presencia de ácido clorhídrico en un disolvente de etanol o ácido acético o un catalizador de ácido sulfúrico a una temperatura predeterminada durante varias horas, mediante lo cual es posible sintetizar un compuesto cíclico y un compuesto lineal. El aislamiento a partir de los productos sintetizados se lleva a cabo mediante recristalización con metanol o similar, mediante lo cual es posible obtener únicamente el calixareno. Por ejemplo, se muestra a modo de ejemplo una reacción mostrada en la siguiente fórmula (2), y es posible aislar y obtener únicamente el calixareno a partir de los productos.

5

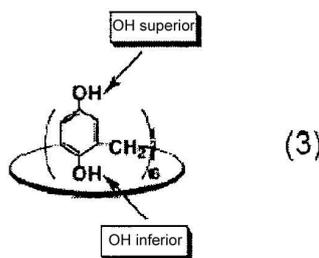


10 (en la que R_3 representa $C_{10}H_{21}$).

En un método de este tipo para fabricar el calixareno, cuando se hace que las razones molares del derivado de resorcinol y el compuesto de aldehído sean iguales entre sí, puede obtenerse el calixareno. Si la cantidad del compuesto de aldehído aumenta, existe una posibilidad de que se sintetice de manera preferible un producto lineal o un producto ramificado.

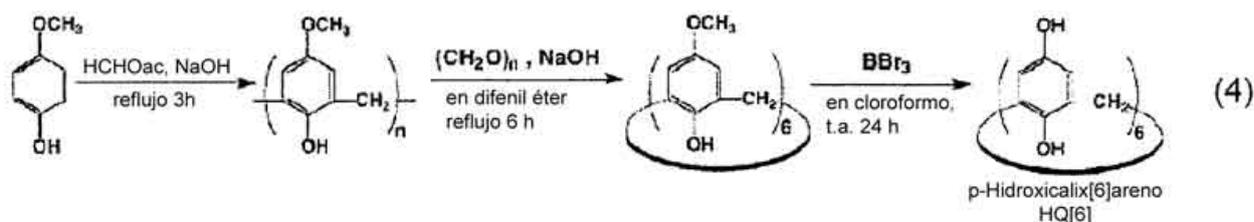
15

Además, los ejemplos de hexámeros incluyen p-polihiroxicalix[6]areno representado por la siguiente fórmula (3).



20

Es posible sintetizar el p-polihiroxicalix[6]areno anterior, por ejemplo, mediante un procedimiento de la siguiente fórmula (4), y los detalles del mismo se describen en *Macromolecules* 2005, 38, 6871-6875.



25

Un disolvente para disolver el calixareno sintetizado no está particularmente limitado siempre que sea posible disolver el calixareno. Ejemplos del disolvente incluyen metanol, etanol, acetona, tetrahidrofurano (THF), cloroformo, dimetilsulfóxido (DMSO), dietilenglicol (DEG), diglima, triglima, dioxano, metil isobutil cetona, metil t-butil éter, polietilenglicol, tolueno, xileno, cloruro de metileno, y dietil éter.

30

El tratamiento en superficie de la lana de vidrio se lleva a cabo pulverizando una disolución en la que está disuelto el calixareno, en la lana de vidrio y secando la lana de vidrio.

35

La disolución en la que está disuelto el calixareno puede fabricarse mediante el método de fabricación anterior, pero puede usarse, por ejemplo, un modificador de plástico nanodaX (marca registrada) fabricado por NANODAX CO., Ltd. El porcentaje en peso del modificador de plástico nanodaX (marca registrada) con respecto a la lana de vidrio puede ser del 0,001 al 0,5% en peso y puede ser del 0,01 al 0,3% en peso.

40

La lana de vidrio puede tratarse con el agente de acoplamiento de silano o lubricante anteriores o puede tratarse con el agente de acoplamiento de silano y el lubricante.

Además del tratamiento en superficie con el calixareno anterior y opcionalmente con un agente de acoplamiento de silano, la lana de vidrio puede tratarse en superficie con un agente de formación de película públicamente conocido tal como resina epoxídica, resina de acetato de vinilo, resina de copolímero de acetato de vinilo, resina de uretano o

resina acrílica. Estos agentes de formación de película pueden usarse de manera individual, o pueden mezclarse y usarse dos o más de estos agentes de formación de película. El porcentaje en peso del agente de formación de película puede ser de 5 a 15 veces mayor que el del agente de acoplamiento de silano.

5 El tratamiento en superficie anterior de la lana de vidrio puede llevarse a cabo antes de amasar la lana de vidrio con la resina termoplástica. Puede prepararse lana de vidrio que se ha tratado en superficie únicamente con un lubricante, y puede tratarse en superficie con un agente de acoplamiento de silano deseado antes de amasarse, dependiendo de la resina termoplástica que va a usarse. Alternativamente, la lana de vidrio puede tratarse en superficie con un lubricante y un agente de acoplamiento de silano por adelantado, y puede tratarse adicionalmente
10 con un agente de formación de película por adelantado según se necesite.

Pueden combinarse aditivos tales como absorbedor de ultravioleta, estabilizador, antioxidante, plastificante, agente colorante, agente de ajuste del color, retardante de la llama, agente antiestático, blanqueador fluorescente, agente de aplanado y modificador de la resistencia al impacto públicamente conocidos en el material de moldeo compuesto según la realización de la presente invención. Dicho de otro modo, sólo es necesario conformar el material de moldeo compuesto amasando al menos la lana de vidrio en la resina termoplástica.
15

Es posible fabricar el material de moldeo compuesto según la realización de la presente invención fundiendo y amasando la resina termoplástica, la lana de vidrio tratada en superficie y diversos aditivos añadidos según se necesite, a una temperatura de 200 a 400°C con una amasadora de fusión públicamente conocida tal como una prensa extrusora de un único husillo o de múltiples husillos, una amasadora, un rodillo de mezclado y una mezcladora Banbury. El aparato de fabricación no está particularmente limitado, pero resulta sencillo llevar a cabo la fusión y el amasado con una prensa extrusora de doble husillo. El material de moldeo compuesto amasado puede moldearse por inyección directamente con un molde o puede conformarse como aglomerados.
20

En un material de moldeo compuesto obtenido amasando la lana de vidrio en la resina termoplástica fundida a temperatura normal, la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto se corta volviéndose muy corta en comparación con la lana de vidrio antes de amasarse. Además, cuando se intenta contener la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto en una cantidad del 30% o superior, el corte de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto avanza hasta un grado tal que casi no se obtiene ningún efecto de refuerzo. Esto se debe a que el volumen aparente de la lana de vidrio es aproximadamente 20 veces mayor que el de la resina termoplástica que tiene el mismo peso que la lana de vidrio, y la lana de vidrio contiene mucho aire. Por tanto, cuando se añade secuencialmente la lana de vidrio a la resina termoplástica fundida, sólo una parte de la resina termoplástica que está en contacto con la lana de vidrio añadida se enfría mediante aire retenido entre la lana de vidrio floculada, y la viscosidad de la parte de la resina termoplástica cambia volviéndose diferente de la de la otra parte de resina termoplástica. Después, cuando se amasa la resina termoplástica en un estado en el que la viscosidad es diferente, se aplican cargas diferentes a la lana de vidrio. Como resultado, la lana de vidrio tiende a cortarse. Por tanto, con el fin de que la viscosidad de la resina termoplástica no cambie ni siquiera cuando se añade la lana de vidrio, la lana de vidrio puede calentarse previamente y después añadirse.
25

La temperatura de calentamiento de la lana de vidrio puede establecerse a una temperatura que se encuentra dentro del intervalo de aproximadamente una temperatura 150°C inferior hasta una temperatura 50°C superior a la temperatura de la resina termoplástica fundida. Cuando la temperatura de fusión de la resina termoplástica aumenta, la viscosidad de la resina termoplástica disminuye, y se vuelve fácil dispersar la lana de vidrio. Sin embargo, cuando la temperatura de la resina termoplástica aumenta en exceso, las propiedades de la resina termoplástica pueden cambiar abruptamente. Por tanto, la realización de la presente invención tiene una característica tal que mientras se funde la resina termoplástica a una temperatura a la que se lleva a cabo habitualmente la fusión en este campo, se calienta la lana de vidrio. Aunque depende del tipo de resina termoplástica usada, la lana de vidrio puede calentarse hasta aproximadamente una temperatura 20°C superior a la temperatura de fusión de la resina termoplástica, con el fin de evitar el deterioro de la resina termoplástica. Por otro lado, el límite inferior no está particularmente limitado ya que el efecto se obtiene siempre que se lleve a cabo calentamiento. El límite inferior puede establecerse a aproximadamente una temperatura 100°C inferior y puede establecerse a una temperatura 50°C inferior, a la temperatura de fusión de la resina termoplástica. La lana de vidrio puede calentarse hasta la misma temperatura que la de la resina fundida.
30

El calentamiento de la lana de vidrio no está particularmente limitado siempre que sea posible calentar y añadir la lana de vidrio a la resina termoplástica fundida, por ejemplo, se proporciona un dispositivo de calentamiento en una parte de tobera del aparato de amasado en el que se carga la lana de vidrio.
35

La lana de vidrio en el material de moldeo compuesto fabricado mediante el método anterior tiene una longitud de fibra promedio de aproximadamente 30 a 300 μm y una relación de aspecto de 10 o más tras cortarse durante el amasado. En un material de moldeo compuesto fabricado mediante un método general, aunque la cantidad añadida de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto sea pequeña, dado que el volumen aparente de la lana de vidrio es de aproximadamente 20 veces tal como se describió anteriormente, la viscosidad de la resina termoplástica tiende a cambiar, y la lana de vidrio tiende adicionalmente a cortarse durante el amasado. Sin embargo, en el material de moldeo compuesto fabricado mediante el método según la realización de la presente invención, por
40

ejemplo, aunque la cantidad añadida de la lana de vidrio sea pequeña y sea de aproximadamente el 10%, es posible dispersar la lana de vidrio en la resina termoplástica al tiempo que se mantiene la longitud de fibra de la lana de vidrio larga en comparación con aquella mediante el método general. Además, cuando se usa la lana de vidrio tratada en superficie con el lubricante calixareno, el deslizamiento de la lana de vidrio mejora. Por tanto, es posible dispersar una gran cantidad de la lana de vidrio en la resina termoplástica al tiempo que se mantiene adicionalmente la longitud de fibra de la lana de vidrio.

En la realización de la presente invención, es posible incorporar la lana de vidrio que tiene una longitud de este tipo para proporcionar un efecto de refuerzo satisfactorio del material de moldeo compuesto, en el material de moldeo compuesto en una cantidad de hasta aproximadamente el 85%. Por tanto, es posible reducir el contenido de una resina termoplástica inflamable, las propiedades retardantes de la llama también mejoran en gran medida, y la seguridad de un dispositivo electrónico también mejora.

Además, tal como se describió anteriormente, es posible dispersar la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto en una cantidad de hasta aproximadamente el 85%. Por tanto, por ejemplo, el material de moldeo compuesto que contiene aproximadamente el 85% de la lana de vidrio se conforma como aglomerados, se amasan una resina termoplástica que no contiene lana de vidrio y los aglomerados, y se moldea un producto. Por tanto, es posible fabricar un producto que contiene una cantidad deseada de la lana de vidrio.

A continuación en el presente documento se describirán ejemplos para describir específicamente la realización de la presente invención. Sin embargo, los ejemplos se proporcionan para explicar la realización de la presente invención y para referencia de sus modos específicos. Se pretende que estos ejemplos ilustrativos expliquen los modos específicos de la realización de la presente invención, pero no se pretende que limiten o restrinjan el alcance de las reivindicaciones dadas a conocer en esta solicitud.

Producción de aglomerados

Ejemplo 1

Se usó nailon 66 (LEONA 1300S, fabricado por Asahi Kasei Corporation), que es una resina de poliamida (PA), como resina termoplástica. Se fabricó lana de vidrio mediante un método de centrifugación, y el diámetro de fibra promedio de la lana de vidrio era de aproximadamente 3,6 μm .

Se llevó a cabo el tratamiento en superficie de la lana de vidrio pulverizando una disolución que contenía un agente de acoplamiento de silano y un lubricante a partir de una boquilla de aglutinante a lana de vidrio producida a partir de un hilador. Se usó un agente de acoplamiento de aminosilano S330 (fabricado por JNC Corporation) como agente de acoplamiento de silano, y se usó un modificador de plástico nanodaX (marca registrada) (fabricado por NANODAX CO., Ltd.) como lubricante. El porcentaje en peso del agente de acoplamiento de silano con respecto a la lana de vidrio era del 0,24% en peso, y el porcentaje en peso del lubricante con respecto a la lana de vidrio era del 0,01% en peso.

A continuación, se secó la lana de vidrio a 150°C durante 1 hora y después se pulverizó con una fresa para tener una longitud de fibra promedio de 850 μm . Se usó una prensa extrusora amasadora de doble husillo en una misma dirección ZE40A (\varnothing 43 L/D = 40) fabricada por KraussMaffei-Berstorff GmbH) como prensa extrusora, se usó un alimentador de husillo de tipo por peso S210 (fabricado por K-Tron) como máquina de pesado, y se añadió la lana de vidrio y se amasó en el nailon 66 fundido de manera que la proporción de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era del 33% en peso. Se llevó a cabo el amasado en las condiciones de una velocidad de rotación de husillo de 150 rpm, una presión de resina de 0,6 Mpa, una corriente de 26 a 27 A y una cantidad de alimentación de 12 Kg/h. Además, la temperatura de resina del nailon 66 durante el amasado era de 244°C, y se calentó la lana de vidrio hasta 100°C y se añadió. Tras el amasado, se produjeron aglomerados.

La figura 1 es una microfotografía óptica de la lana de vidrio tras calentarse los aglomerados producidos en el ejemplo 1 hasta 500°C para quemar y eliminar el nailon 66. Se midieron los tamaños de toda la lana de vidrio en la fotografía y se calculó el promedio de manera sencilla. Como resultado, la longitud de fibra promedio de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era de 86,4 μm , el diámetro de fibra promedio de la misma era de 3,6 μm y la relación de aspecto de la misma era de 24,0.

Ejemplo 2

Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se calentó la lana de vidrio hasta 200°C y se añadió.

La figura 2 es una microfotografía óptica de la lana de vidrio tras calentarse los aglomerados producidos en el ejemplo 2 hasta 500°C para quemar y eliminar el nailon 66. La longitud de fibra promedio de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era de 117,9 μm , el diámetro de fibra promedio de la misma era de 3,6 μm y la

relación de aspecto de la misma era de 32,8.

Ejemplo 3

5 Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se calentó la lana de vidrio hasta 200°C y se añadió de tal manera que la proporción de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era del 60% en peso.

10 La figura 3 es una microfotografía óptica de la lana de vidrio tras calentarse los aglomerados producidos en el ejemplo 3 hasta 500°C para quemar y eliminar el nailon 66. La longitud de fibra promedio de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era de 79,2 μm , el diámetro de fibra promedio de la misma era de 3,6 μm y la relación de aspecto de la misma era de 22,0.

Ejemplo 4

15 Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se calentó la lana de vidrio hasta 200°C y se añadió de tal manera que la proporción de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era del 85% en peso.

20 La figura 4 es una microfotografía óptica de la lana de vidrio tras calentarse los aglomerados producidos en el ejemplo 4 hasta 500°C para quemar y eliminar el nailon 66. La longitud de fibra promedio de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era de 57,3 μm , el diámetro de fibra promedio de la misma era de 3,6 μm y la relación de aspecto de la misma era de 15,9.

Ejemplo 5

Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 2, excepto porque la lana de vidrio se trató únicamente con el lubricante.

30 La figura 5 es una microfotografía óptica de la lana de vidrio tras calentarse los aglomerados producidos en el ejemplo 5 hasta 500°C para quemar y eliminar el nailon 66. La longitud de fibra promedio de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era de 110,2 μm , el diámetro de fibra promedio de la misma era de 3,6 μm y la relación de aspecto de la misma era de 30,6.

Ejemplo 6

Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 4, excepto porque la lana de vidrio se trató únicamente con el lubricante.

40 La figura 6 es una microfotografía óptica de la lana de vidrio tras calentarse los aglomerados producidos en el ejemplo 6 hasta 500°C para quemar y eliminar el nailon 66. La longitud de fibra promedio de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era de 60,3 μm , el diámetro de fibra promedio de la misma era de 3,6 μm y la relación de aspecto de la misma era de 16,8.

Ejemplo de referencia 1

Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque la lana de vidrio se trató únicamente con el agente de acoplamiento de silano.

50 La figura 7 es una microfotografía óptica de la lana de vidrio tras calentarse los aglomerados producidos en el ejemplo de referencia 1 hasta 500°C para quemar y eliminar el nailon 66. La longitud de fibra promedio de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era de 66,7 μm , el diámetro de fibra promedio de la misma era de 3,6 μm y la relación de aspecto de la misma era de 18,5.

Ejemplo de referencia 2

Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 4, excepto porque la lana de vidrio se trató únicamente con el agente de acoplamiento de silano.

60 La figura 8 es una microfotografía óptica de la lana de vidrio tras calentarse los aglomerados producidos en el ejemplo de referencia 2 hasta 500°C para quemar y eliminar el nailon 66. La longitud de fibra promedio de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era de 37,3 μm , el diámetro de fibra promedio de la misma era de 3,6 μm y la relación de aspecto de la misma era de 10,4.

Ejemplo comparativo 1

Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque la lana de vidrio se añadió a una temperatura normal (25°C) sin calentarse.

5 La figura 9 es una microfotografía óptica de la lana de vidrio tras calentarse los aglomerados producidos en el ejemplo comparativo 1 hasta 500°C para quemar y eliminar el nailon 66. La longitud de fibra promedio de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era de 16,4 µm, el diámetro de fibra promedio de la misma era de 3,6 µm y la relación de aspecto de la misma era de 4,6.

10 Ejemplo comparativo 2

Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque la temperatura de resina del nailon 66 durante el amasado era de 274°C y la lana de vidrio se añadió a una temperatura normal (25°C) sin calentarse.

15 La figura 10 es una microfotografía óptica de la lana de vidrio tras calentarse los aglomerados producidos en el ejemplo comparativo 2 hasta 500°C para quemar y eliminar el nailon 66. La longitud de fibra promedio de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era de 34,2 µm, el diámetro de fibra promedio de la misma era de 3,6 µm y la relación de aspecto de la misma era de 9,5.

20 Ejemplo comparativo 3

Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque no se añadió la lana de vidrio.

25 Los resultados de los ejemplos 1 a 8 y los ejemplos comparativos 1 a 3 anteriores se muestran en la tabla 1.

[Tabla 1]

	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. de ref. 1	Ej. de ref. 2	Ej. comp. 1	Ej. comp. 2	Ej. comp. 3
Temperatura de resina (°C)	244	244	244	244	244	244	244	244	244	274	244
Temperatura de lana de vidrio (°C)	100	200	200	200	200	200	100	200	25	25	-
Agente de acoplamiento de silano	○	○	○	○	X	X	○	○	○	○	-
Lubricante	○	○	○	○	○	○	X	X	○	○	-
Cantidad de lana de vidrio (% en peso)	33	33	60	85	33	85	33	85	33	33	-
Longitud de fibra promedio (µm)	86,4	117,9	79,2	57,3	110,2	60,3	66,7	37,3	16,4	34,2	-
Diámetro de fibra promedio (µm)	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6	-
Relación de aspecto	24,0	32,8	22,0	15,9	30,6	16,8	18,5	10,4	4,6	9,5	-

30 Tal como resulta evidente a partir de la tabla 1, se confirma que, calentando y añadiendo la lana de vidrio a la resina termoplástica fundida, es posible prevenir que la lana de vidrio se corte durante el amasado y aumentar la relación de aspecto de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto. Además, se confirma que, aunque la lana de vidrio se añada al material de moldeo compuesto en una cantidad del 85%, se obtiene un material de moldeo compuesto en el que la relación de aspecto no es de menos de 10.

35 Ejemplo 7

40 Se usó poli(tereftalato de butileno) (DURANEX XFR4840, fabricado por Polyplastics Co., Ltd.), que es una resina de poliéster, como resina termoplástica. Se fabricó lana de vidrio mediante un método de centrifugación, y el diámetro de fibra promedio de la lana de vidrio era de aproximadamente 3,6 µm.

Se llevó a cabo el tratamiento en superficie de la lana de vidrio pulverizando una disolución que contenía un agente de acoplamiento de silano y un agente de formación de película a partir de una boquilla de aglutinante a lana de

5 vidrio producida a partir de un hilador. Se usó un agente de acoplamiento de epoxisilano Z4060 (fabricado por Dow Corning Toray Co., Ltd.) como agente de acoplamiento de silano, y se usó un formador de película epoxídico EM-058 (fabricado por ADEKA CORPORATION) como agente de formación de película. En ese momento, el porcentaje en peso del agente de acoplamiento de epoxisilano con respecto a la lana de vidrio era del 0,24% en peso, y el porcentaje en peso del agente de formación de película con respecto a la lana de vidrio era del 2,4% en peso.

10 A continuación, se secó la lana de vidrio a 150°C durante 1 hora, y después se pulverizó con una fresa para tener una longitud de fibra promedio de 850 µm. Se usó una prensa extrusora amasadora de doble husillo en una misma dirección ZE40A (∅ 43 L/D = 40) fabricada por KraussMaffei-Berstorff GmbH como prensa extrusora, se usó un alimentador de husillo de tipo por peso S210 (fabricado por K-Tron) como máquina de pesado, y se añadió la lana de vidrio y se amasó en el poli(tereftalato de butileno) fundido de manera que la proporción de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era del 33% en peso. Se llevó a cabo el amasado en las condiciones de una velocidad de rotación de husillo de 120 rpm, una presión de resina de 1,0 Mpa, una corriente de 36 a 40 A y una cantidad de alimentación de 15 Kg/h. Además, la temperatura de resina del poli(tereftalato de butileno) durante el amasado era de 247°C, y se calentó la lana de vidrio hasta 100°C y se añadió. Tras el amasado, se produjeron aglomerados.

Ejemplo 8

20 Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 7, excepto porque se calentó la lana de vidrio hasta 200°C y se añadió.

Ejemplo 9

25 Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 7, excepto porque se calentó la lana de vidrio hasta 200°C y se añadió de tal manera que la proporción de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto era del 50% en peso.

Ejemplo comparativo 4

30 Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 7, excepto porque no se añadió la lana de vidrio.

Ejemplo comparativo 5

35 Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo 7, excepto porque la lana de vidrio se añadió a una temperatura normal (25°C) sin calentarse.

Ensayo de resistencia

40 A continuación, se examinaron las resistencias a la tracción, resistencias a la flexión y resistencias al impacto de los materiales de moldeo compuestos producidos en los ejemplos 1 a 9 y los ejemplos comparativos 1 a 5 anteriores.

Resistencia a la tracción

45 En primer lugar, se prensaron los aglomerados producidos en los ejemplos 1 a 9 y los ejemplos comparativos 1 a 5 anteriores mientras se calentaban a la misma temperatura que aquella a la que se produjeron los materiales de moldeo compuestos. Después, se perforaron los materiales prensados con un cortador de tipo palanca para producir probetas de ensayo de tracción según la norma JIS K 7113 n.º 1. El grosor de cada probeta obtenida era de 1,2 mm y la anchura de la misma era de 6,0 mm. Se usó una máquina de ensayo universal modelo AG-1 fabricada por Shimadzu Corporation como máquina de ensayo de tracción, y se midieron las resistencias a la tracción de las probetas en las condiciones de una tasa de tensión de 5,0 mm/min y un intervalo de mandril de 80 mm.

Resistencia a la flexión

55 En primer lugar, se moldearon por inyección los aglomerados producidos en los ejemplos 1 a 9 y los ejemplos comparativos 1 a 5 anteriores para obtener un tamaño de 80 x 10 x 4 mm para producir probetas. Se usó una máquina de ensayo universal modelo AG-1 fabricada por Shimadzu Corporation como máquina de ensayo de flexión, y se midieron las resistencias a la flexión de las probetas en las condiciones de un intervalo de fulcro de 64 mm y una velocidad de cruceta de 5,0 mm/min.

Resistencia al impacto

65 En primer lugar, se moldearon por inyección los aglomerados producidos en los ejemplos 1 a 9 y los ejemplos comparativos 1 a 5 anteriores para obtener un tamaño de 80 x 10 x 4 mm (incluyendo una muesca de 2 mm) para producir probetas. Se usó una máquina de impacto de tipo péndulo universal modelo 6545/000 fabricada por CEAST como máquina de ensayo de impacto, y se midió la resistencia al impacto mediante un método de impacto de Izod.

Los resultados de ensayos de resistencia de los materiales de moldeo compuestos producidos en los ejemplos 1 a 6, los ejemplos de referencia 1 y 2 y los ejemplos comparativos 1 a 3 anteriores se muestran en la tabla 2, y los resultados de ensayos de resistencia de los materiales de moldeo compuestos producidos en los ejemplos 7 a 9 y los ejemplos comparativos 4 y 5 anteriores se muestran en la tabla 3.

[Tabla 2]

	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. de ref. 1	Ej. de ref. 2	Ej. comp. 1	Ej. comp. 2	Ej. comp. 3
Resistencia a la tracción (Mpa)	124,6	131,2	150,2	138,7	95,3	101,9	120,2	132,0	91,3	111,3	74,3
Resistencia a la flexión (Mpa)	185,3	189,4	197,8	190,1	103,2	139,7	179,5	185,3	106,4	159,7	92,6
Resistencia al impacto (kJ/m ²)	4,7	4,9	5,1	4,9	4,2	4,3	4,6	4,8	4,3	4,4	4,1

[Tabla 3]

	Ej. 7	Ej. 8	Ej. 9	Ej. comp. 4	Ej. comp. 5
Resistencia a la tracción (Mpa)	84,2	90,6	93,6	43,7	71,2
Resistencia a la flexión (Mpa)	215,2	228,6	238,2	127,3	186,5
Resistencia al impacto (kJ/m ²)	3,9	4,3	4,6	3,5	3,7

Tal como resulta evidente a partir de las tablas 2 y 3, dado que la lana de vidrio se calentó y se añadió, se mejoraron de manera considerable las propiedades de resistencia a la tracción, resistencia a la flexión y resistencia al impacto. Además, se confirmó que, dado que se dispersó una gran cantidad de la lana de vidrio al tiempo que se mantuvo la relación de aspecto de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto a 10 o más, aunque se tratara la lana de vidrio únicamente con el agente de acoplamiento de silano o el lubricante, se obtuvo el efecto de refuerzo. Además, cuando se usó la lana de vidrio que se había tratado en superficie con el agente de acoplamiento de silano y el lubricante, se observó el efecto sinérgico en la mejora de la resistencia a la tracción, la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto. Por tanto, se confirmó que el agente de acoplamiento de silano y el lubricante pueden usarse de manera individual o en combinación teniendo en cuenta la resistencia, las propiedades retardantes de la llama, la estabilidad dimensional, y similares, del material de moldeo compuesto.

Ensayo de deterioro de la resina termoplástica mediante calentamiento

Ejemplo de referencia 3

Se produjo una probeta mediante el procedimiento en la resistencia a la tracción anterior usando los aglomerados producidos en el ejemplo comparativo 3.

Ejemplo de referencia 4

Se produjeron aglomerados de la misma manera que en el ejemplo comparativo 2, excepto porque no se añadió la lana de vidrio. Después, se produjo una probeta mediante el procedimiento en la resistencia a la tracción anterior.

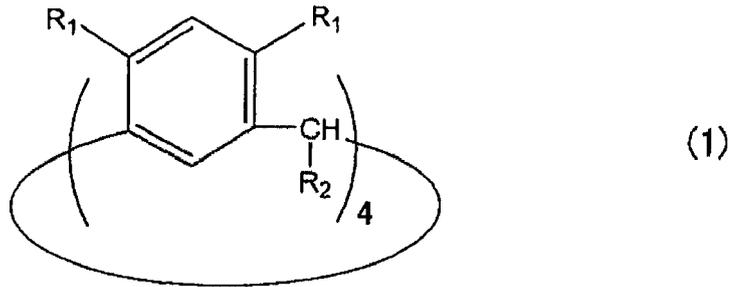
La figura 11 es una fotografía de las probetas producidas en los ejemplos de referencia 3 y 4 (el lado superior es el ejemplo de referencia 4 y el lado inferior es el ejemplo de referencia 3), tras el final del ensayo. Tal como resulta evidente a partir de la figura 11, se confirma que aunque la resina termoplástica era la misma, no hubo ningún estiramiento de la sección rota y las propiedades de la resina termoplástica cambiaron en el ejemplo de referencia 4 en el que la temperatura durante la fusión y el amasado era 30°C superior.

REIVINDICACIONES

1. Material de moldeo compuesto que se forma amasando al menos lana de vidrio en una resina termoplástica, caracterizado porque

5 la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto tiene un diámetro de fibra de 1 a 7 μm , una longitud de fibra promedio de 30 a 300 μm , y una relación de aspecto de no menos de 10,

10 en el que la lana de vidrio significa fibras de vidrio floculadas que tienen un diámetro de fibra de 1 a 7 μm y una longitud de fibra de 300 a 1000 μm antes de amasarse con la resina termoplástica y se trata la lana de vidrio en superficie con un calixareno representado por la siguiente fórmula (1):



15 en la que R₁ representa un grupo hidroxilo, y R₂ representa un grupo alquilo lineal o grupo fenilo que tiene de 1 a 17 átomos de carbono.

2. Material de moldeo compuesto según la reivindicación 1, en el que el diámetro de fibra de la lana de vidrio en el material de moldeo compuesto es de 3 a 4 μm .

20 3. Material de moldeo compuesto según la reivindicación 1 ó 2, en el que la lana de vidrio se trata adicionalmente en superficie con un agente de acoplamiento de silano.

25 4. Método para fabricar el material de moldeo compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que se calienta la lana de vidrio hasta una temperatura que se encuentra dentro del intervalo de una temperatura 150°C inferior hasta una temperatura 50°C superior a la temperatura de la resina termoplástica fundida, y se amasa.

30 5. Método según la reivindicación 4, en el que se calienta la lana de vidrio hasta una temperatura que se encuentra dentro del intervalo de una temperatura 100°C inferior hasta una temperatura 20°C superior a la temperatura de la resina termoplástica fundida, y se amasa.

35 6. Método según la reivindicación 4, en el que se calienta la lana de vidrio hasta una temperatura que se encuentra dentro del intervalo de una temperatura 50°C inferior hasta una temperatura 20°C superior a la temperatura de la resina termoplástica fundida, y se amasa.

7. Método según la reivindicación 4, en el que se calienta la lana de vidrio hasta la misma temperatura que la de la resina termoplástica fundida, y se amasa.

FIG. 1



FIG. 2

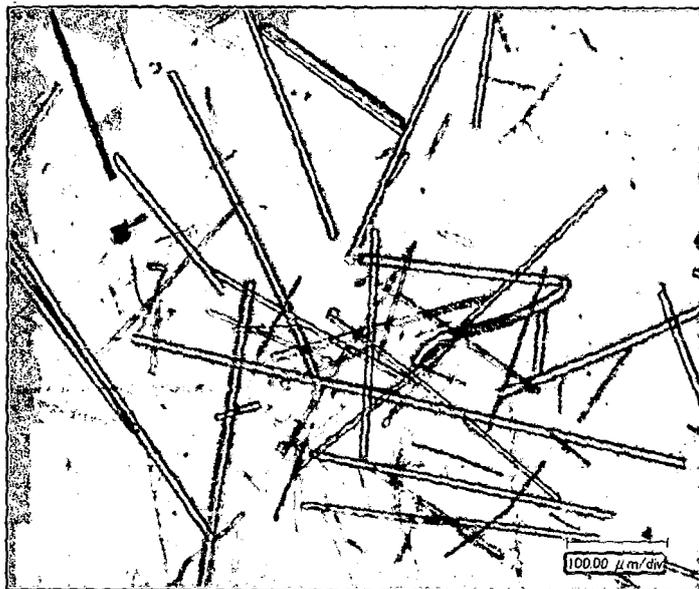


FIG. 3

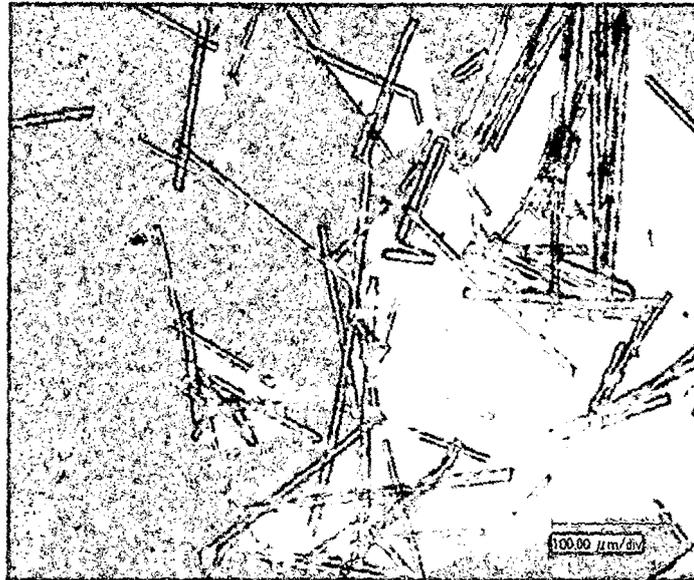


FIG. 4



FIG. 5

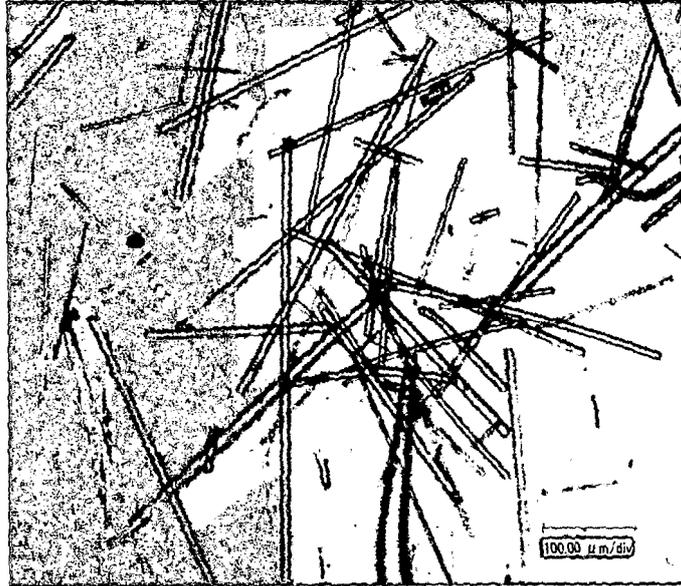


FIG. 6



FIG. 7

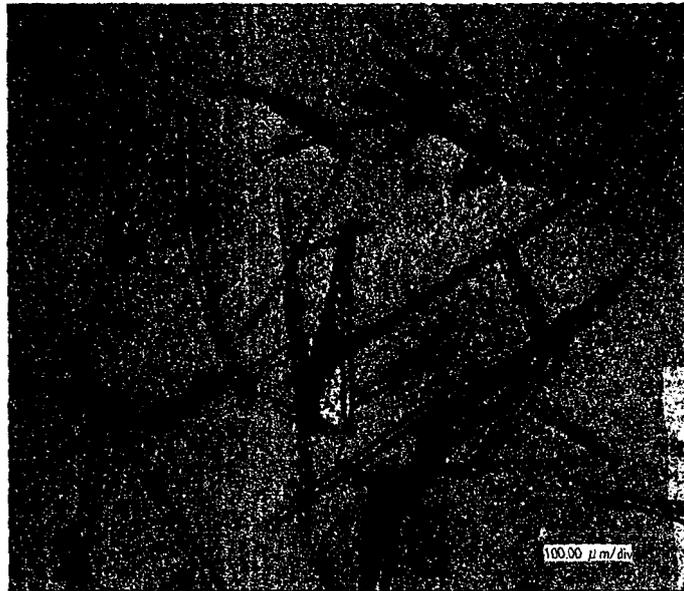


FIG. 8



FIG. 9

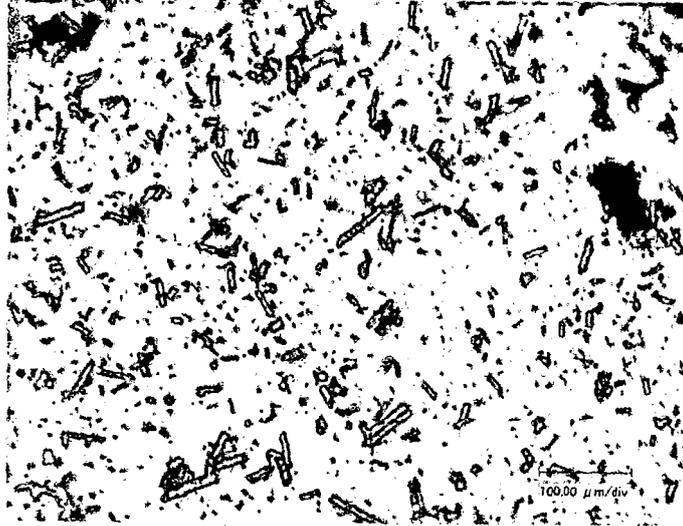


FIG. 10



FIG. 11

