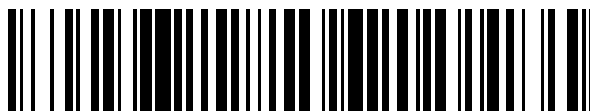


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 714 562**

51 Int. Cl.:

B29C 47/06 (2006.01)

C08J 5/18 (2006.01)

C08K 5/098 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.06.2006 E 06114974 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.12.2018 EP 1741540**

54 Título: **Empleo de una masa de moldeo de poliamida con rigidez de masa fundida elevada para la coextrusión con un polímero de punto de fusión elevado**

30 Prioridad:

04.07.2005 DE 102005031491

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

29.05.2019

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Straße 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**DOWE, ANDREAS;
KUHMANN, KARL;
BAUMANN, FRANZ-ERICH;
HIMMELMANN, MARTIN;
WURSCHE, ROLAND;
BÖER, MICHAEL y
GÖRING, RAINER**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

Observaciones:

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

ES 2 714 562 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

Empleo de una masa de moldeo de poliamida con rigidez de masa fundida elevada para la coextrusión con un polímero de punto de fusión elevado

5 La presente invención tiene por objeto un procedimiento para la coextrusión de un compuesto multicapa a partir de una masa de moldeo de poliamida con rigidez de masa fundida elevada y a una masa de moldeo a base de un polímero de punto de fusión elevado, así como a los compuestos multicapa producidos con la misma.

10 Son polímeros de punto de fusión elevado en el sentido de esta invención aquellos que son elaborables solo a temperaturas elevadas. Si se trata de un polímero parcialmente cristalino, el punto de fusión de cristalita T_m , medido por medio de DSC según la norma ISO 11357, se sitúa al menos en 270 °C. En el caso de un polímero amorfo, el punto de transición vítrea T_g , medido igualmente por medio DSC según la norma ISO 11 357, se sitúa en al menos 180°C. Ambos tipos de polímero se pueden extrusionar con velocidad suficientemente rentable solo a temperaturas alrededor de 300°C o superiores.

15 En el documento EP 1283101 A se describe la producción de un compuesto multicapa por medio de coextrusión de una masa de moldeo de poliamida con una masa de moldeo a base de un polímero de punto de fusión elevada, que puede presentar un punto de fusión de cristalita T_m de más de 260°C.

20 En la coextrusión de poliamidas, como por ejemplo PA12, con tales polímeros HT, debido a las elevadas temperaturas de extrusión y a la rigidez de masa fundida de poliamida reducida en gran medida, ocasionada por éstas, se pueden presentar diferentes dificultades. Una diferencia demasiado elevada de viscosidades de masa fundida conduce a inestabilidades de los límites de capa, a malas distribuciones de capa y grosor de pared, y en suma a una calidad de producto de extrusión insuficiente.

25 Por este motivo, en el pasado hubo desarrollos en los que se redujo el punto de fusión, por ejemplo de EFTE (punto de fusión de cristalita T_m a aproximadamente 270 °C; temperatura de elaboración 300 a 340 °C), para obtener una capacidad de coextrusión con polímeros de menor punto de fusión, como por ejemplo PA12. Un resultado de estos desarrollos son, por ejemplo, soft-EFTE (por ejemplo Neoflon RP7000 de la firma Daikin, Japón), con un punto de fusión de cristalita de aproximadamente 255°C y una temperatura de elaboración recomendada de 280 a 290°C, o del tipo de polímero EFEP (por ejemplo Neoflon RP5000 de la firma Daikin), que presenta un punto de fusión de cristalita de aproximadamente 195 °C y se elabora a aproximadamente 240 a 285 °C. La rigidez de masa fundida de una masa de moldeo de extrusión a base de PA12 es suficiente para realizar una capacidad de coextrusión con soft-EFTE, o bien EFEP en calidad suficiente en esta ventana de elaboración. Sin embargo, en la modificación de EFTE se acepta que se reduzcan sus propiedades técnicas de aplicación, a modo de ejemplo el efecto barrera frente a combustibles.

Algunas investigaciones han mostrado que, debido a la problemática descrita anteriormente, también una coextrusión con otros polímeros de punto de fusión elevada, como por ejemplo PPS, se puede realizar solo con dificultad.

35 La tarea que motivaba la invención consistía en evitar los inconvenientes citados anteriormente.

Esta tarea se solucionó mediante un procedimiento para la producción de un compuesto multicapa,

- a) poniéndose a disposición una masa de moldeo de poliamida, presentándose al menos un 30 % de los grupos terminales como grupos amino terminales en la poliamida empleada,
- 40 b) produciéndose una premezcla de la masa de moldeo de poliamida y 0,005 a 10 partes en peso de un compuesto con al menos dos unidades éster de ácido carbónico con fenoles o alcoholes, referido a 100 partes en peso de poliamida,
- c) en caso dado almacenándose y/o transportándose la mezcla, y
- 45 d) coextrusionándose la mezcla a continuación con una masa de moldeo, que contiene al menos un 50 % en peso de un polímero de punto de fusión elevado, que presenta un punto de fusión de cristalita T_m de al menos en 270 °C y/o una temperatura de transición vítrea de T_g de al menos 180°C, fundiéndose la mezcla solo en la elaboración, y midiéndose T_m y T_g por medio de DSC según la norma ISO 11357.

50 Por el documento WO 00/66650 es conocida una masa de moldeo de poliamida con al menos dos unidades carbonato. En éste se describe el empleo de compuestos con al menos dos unidades carbonato para la condensación de poliamidas, pudiéndose ajustar las propiedades de manera segura y estable, y abriéndose la posibilidad de efectuar una elaboración múltiple del material condensado sin que se produzca una formación de gel o inhomogeneidades. Un aditivo para el ajuste del peso molecular en poliamidas que se basa en este principio es

distribuido por la firma Brüggemann KG bajo la denominación Brüggolen M1251. Las aplicaciones primarias se sitúan en el campo del ajuste de la viscosidad para reciclado de PA6 o PA66, que se reutiliza en masas de moldeo de extrusión. En el caso del aditivo Brüggolen M1251 se trata de una mezcla básica de un policarbonato de baja viscosidad, a modo de ejemplo Lexan 141, en una PA6 terminada en ácido. La causa del desarrollo de peso molecular es una reacción de los grupos amino terminales contenidos en el material a condensar con el policarbonato.

Una poliamida apropiada en el sentido de la invención está constituida a base de lactamas, ácidos aminocarboxílicos, diaminas, o bien ácidos dicarboxílicos. Además, ésta puede contener componentes de efecto ramificante, que son derivados, a modo de ejemplo, de ácidos tricarboxílicos, triaminas o polietilenimina. Son tipos apropiados, respectivamente como homopolímero o como copolímero, a modo de ejemplo, PA6, PA66, PA610, PA66/6, así como especialmente PA612, PA1010, PA1012, PA1212, PA613, PA614, PA1014, PA11, PA12 o una poliamida transparente. En el caso de poliamidas transparentes entran en consideración, a modo de ejemplo:

- la poliamida de ácido tereftálico y la mezcla de isómeros de 2,2,4- y 2,4,4-trimetilhexametilendiamina,
- la poliamida de ácido isoftálico y 1,6-hexametilendiamina,
- la copoliamida de una mezcla de ácido tereftálico/ácido isoftálico y 1,6-hexametilendiamina
- la copoliamida de ácido isoftálico, 3,3'-dimetil-4,4'-diaminod ciclohexilmetano y laurilactama o caprolactama,
- la (co)poliamida de ácido 1,12-dodecanoico, 3,3'-dimetil-4,4'-diaminod ciclohexilmetano y, en caso dado, laurilactama o caprolactama,
- la copoliamida de ácido isoftálico, 4,4'-diaminod ciclohexilmetano y laurilactama o caprolactama,
- la poliamida de diácido 1,12-dodecanoico y 4,4'-diaminod ciclohexilmetano,
- la copoliamida de una mezcla de ácido tereftálico/ácido isoftálico, 3,3'-dimetil-4,4'-diaminod ciclohexilmetano y laurilactama.

Además son apropiadas polieteramidas a base de lactamas, ácidos aminocarboxílicos, diaminas, ácidos dicarboxílicos y polieterdiaminas y/o polieterdioles.

Los compuestos de partida tienen preferentemente pesos moleculares M_n de más de 5000, en especial de más de 8000. En este caso se emplean poliamidas cuyos grupos terminales se presentan al menos parcialmente como grupos amino. A modo de ejemplo, al menos un 30 %, al menos un 40 %, al menos un 50 %, al menos un 60 %, al menos un 70 %, al menos un 80 % o al menos un 90 % de los grupos terminales se presentan como grupos amino terminales. La producción de poliamidas con contenido en grupos amino terminales más elevado bajo empleo de diaminas o poliaminas como regulador es estado de la técnica. En el presente caso, en la producción de poliamida se emplea preferentemente una diamina alifática, cicloalifática o aralifática con 4 a 44 átomos de C como regulador. Son diaminas apropiadas, a modo de ejemplo, hexametilendiamina, decametilendiamina, 2,2,4-, o bien 2,4,4-trimetilhexametilendiamina, dodecametilendiamina, 1,4-diaminod ciclohexano, 1,4- o 1,3-dimetilaminod ciclohexano, 4,4'-diaminod ciclohexilmetano, 4,4'-diamino-3,3'-dimetildiciclohexilmetano, 4,4'-diaminod ciclohexilpropano, isoforondiamina, metaxililidendiamina o paraxililidendiamina.

En otra forma de realización preferente, en la producción de la poliamida se emplea una poliamina como regulador, y simultáneamente ramificador. Son ejemplos a tal efecto dietilentriamina, 1,5-diamino-3-(β -aminoetil)pentano, tris(2-aminoetil)amina, N,N-bis(2-aminoetil)-N',N'-bis[2-bis(2-aminoetil)amino]etil-1,2-etanodiamina, dendrímeros, así como polietileniminas, en especial polietileniminas ramificadas, que son obtenibles mediante polimerización de aziridinas (Houben-Weyl, Methoden der Organischen Chemie, tomo E20, páginas 1482 - 1487, editorial Georg Thieme Stuttgart, 1987) y poseen generalmente la siguiente distribución de grupos amino:

25 a 46 % de grupos amino primarios,

30 a 45 % de grupos amino secundarios, y

16 a 40 % de grupos amino terciarios.

En el procedimiento según la invención se emplea al menos un compuesto con al menos dos unidades carbonato en una proporción cuantitativa de un 0,005 a un 10 % en peso, calculada en relación con la poliamida empleada. Esta proporción se sitúa preferentemente en el intervalo de un 0,01 a un 5,0 % en peso, de modo especialmente preferente en el intervalo de un 0,05 a un 3 % en peso. En este caso, el concepto "carbonato" significa ésteres de ácido carbónico con fenoles o alcoholes.

El compuesto con al menos dos unidades carbonato puede ser de bajo peso molecular, oligomérico o polimérico. Éste puede estar constituido completamente por unidades carbonato, o puede presentar también otras unidades.

Éstas son preferentemente unidades oligo- o poliamida, éster, éter, eteresteramida o eteramida. Tales compuestos se pueden producir mediante procedimientos de oligo- o polimerización conocidos, o bien mediante reacciones análogas a polimerización.

5 En una forma de realización preferente, en el caso del compuesto con al menos dos unidades carbonato se trata de un policarbonato, a modo de ejemplo a base de bisfenol A, o bien de un copolímero en bloques, que contiene tal bloque de policarbonato.

Se describen con detalle compuestos apropiados con al menos dos unidades carbonato, así mezclas básicas apropiadas, en el documento WO 00/66650, al que se hace referencia expresamente en este caso.

10 La dosificación del compuesto con al menos dos unidades carbonato empleado como aditivo en forma de una mezcla básica posibilita una dosificación más exacta del aditivo, ya que se emplean cantidades mayores. Además se pone de manifiesto que, mediante el empleo de una mezcla básica, se obtiene una calidad de producto de extrusión mejorada. La mezcla básica comprende como material matriz preferentemente la poliamida, que se condensa también en el procedimiento según la invención, o una poliamida compatible con ésta, pero también poliamidas incompatibles pueden experimentar un enlace parcial a la poliamida a condensar bajo las condiciones de reacción, lo que provoca una compatibilización. La poliamida empleada como material matriz en la mezcla básica tiene preferentemente un peso molecular M_n de más de 5000, y en especial de más de 8000. En este caso son preferentes aquellas poliamidas cuyos grupos terminales se presentan predominantemente como grupos ácido carboxílico. A modo de ejemplo, al menos un 80 %, al menos un 90 % o al menos un 95 % de los grupos terminales se presentan como grupos ácidos.

20 La concentración de compuesto con al menos dos unidades carbonato en la mezcla básica asciende preferentemente a un 0,15 hasta un 50 % en peso, de modo especialmente preferente un 0,2 a un 25 % en peso, y de modo especialmente preferente un 0,3 a un 15 % en peso. La producción de tal mezcla básica se efectúa del modo habitual, conocido por el especialista.

25 La invención es aplicable en el caso de poliamidas que contienen, debido a la producción, al menos 5 ppm de fósforo en forma de un compuesto ácido. En este caso se añade un 0,001 a un 10 % en peso, referido a la poliamida, de una sal de un ácido débil a la masa de moldeo de poliamida antes de la composición, o en la composición. Se dan a conocer sales apropiadas en el documento DE-A-103 37 707, al que se hace referencia expresamente en el presente documento, así como en el documento equivalente EP 1512710 A. En ambos documentos se describe la condensación de una poliamida, que contiene compuestos de fósforo como residuo de catalizador, con ayuda de un compuesto con al menos dos unidades carbonato.

No obstante, la invención se puede aplicar de modo igualmente conveniente en el caso de poliamidas que, debido a la producción, contienen menos de 5 ppm de fósforo, o no contienen en absoluto fósforo en forma de un compuesto ácido. En este caso se puede, pero no es necesario añadir una sal correspondiente de un ácido débil.

35 Según la invención se pueden emplear los aditivos habituales que se utilizan en la producción de masas de moldeo de poliamida. Son ejemplos ilustrativos a tal efecto colorantes, agentes piroretardantes e ignífugos, estabilizadores, cargas, rectificadores de la capacidad de deslizamiento, agentes desmoldeantes, modificadores de tenacidad al impacto, plastificantes, aceleradores de cristalización, antiestáticos, agentes engrasantes, agentes auxiliares de elaboración, así como otros polímeros, que se elaboran habitualmente con poliamidas.

Son ejemplos de estos aditivos los siguientes:

40 Colorantes: dióxido de titanio, blanco de plomo, blanco de cinc, lipotonos, blanco de antimonio, hollín, negro de óxido de hierro, negro de manganeso, negro de cobalto, negro de antimonio, cromato de plomo, tetróxido de plomo, amarillo de cinc, verde de cinc, rojo de cadmio, azul de cobalto, azul de Berlín, ultramarino, violeta de manganeso, amarillo de cadmio, verde de París, naranja y rojo de molibdeno, naranja y rojo de cromo, rojo de óxido de hierro, verde de óxido de cromo, amarillo de estroncio, azul de molibdeno, creta, ocre, umbra, seladonita, terra di Siena calcinada, grafito, o colorantes orgánicos solubles.

45 Agentes piroretardantes e ignífugos: trióxido de antimonio, hexabromociclododecano, tetracloro- o tetrabromobisfenol, fosfatos halogenados, boratos, cloroparafinas, así como fósforo rojo, además de estannatos, cianurato de melamina y sus productos de condensación, como melam, melem, melón, compuestos de melamina, como piro- y polifosfato de melamina, polifosfato amónico, hidróxido de aluminio, hidróxido de calcio, así como compuestos orgánicos de fósforo que no contienen halógenos, como por ejemplo difenilfosfato de resorcinol.

Estabilizadores: sales metálicas, en especial sales de cobre y sales de molibdeno, así como complejos de cobre, fosfitos, fenoles con impedimento estérico, aminas secundarias, filtros UV y estabilizadores HALS.

Rectificadores de la capacidad de deslizamiento y agentes engrasantes: MoS₂, parafinas, alcoholes grasos, así como amidas de ácido graso.

- 5 Agentes desmoldeantes y agentes auxiliares de elaboración: ceras (montanatos), ceras de ácido montánico, ceras de ésteres de montana, polisiloxanos, alcohol polivinílico, SiO₂, silicatos de calcio, así como poliéteres perfluorados.

Plastificantes: BBSA, POBO.

Modificadores de tenacidad al impacto: polibutadieno, EPM, EPDM, HDPE, caucho de acrilato.

- 10 Antiestáticos: hollín, fibras de carbono, fibrillas de grafito, alcoholes polivalentes, ésteres de ácidos grasos, aminas, amidas de ácido, sales amónicas cuaternarias.

Otros polímeros: ABS, polipropileno.

Estos aditivos se pueden emplear en las cantidades habituales, conocidas por el especialista.

- 15 El polímero de punto de fusión elevado posee preferentemente un punto de fusión de cristalita T_m respectivamente de al menos 270 °C, 275 °C, 280 °C, 285 °C, 290 °C, 295 °C o 300 °C y/o una temperatura de transición vítrea respectivamente de al menos 180 °C, 185 °C, 190 °C, 195 °C, 200 °C, 205 °C, 210 °C, 215 °C, 220 °C, 225 °C, 230 °C, 235 °C, 240 °C o 245 °C. En la masa de moldeo a base de este polímero, éste está contenido en al menos un 50 % en peso, al menos un 55 % en peso, al menos un 60 % en peso, al menos un 65 % en peso, al menos un 70 % en peso, al menos un 75 % en peso o al menos un 80 % en peso.

Son polímeros de punto de fusión elevado apropiados, a modo de ejemplo:

- 20 - polímeros fluorados, como por ejemplo politetrafluoretileno (PTFE), copolímeros de tetrafluoretileno-hexafluorpropeno (FEP) o copolímeros de etileno-tetrafluoretileno (ETFE);
 - poliamidas y copoliamidas, como por ejemplo PA46, PA66, PA9T, PA12T, PA66/6T, PA6/6T o PA6T/MPMDT (MPMD representa 2-metilenpentametilendiamina);
 - polietercetonas, como por ejemplo PEEK, PEKK o PEK;
 25 - polímeros fluidocristalinos (LCP), por ejemplo poliésteres fluidocristalinos;
 - sulfuro de polifenileno (PPS);
 - polisulfonas;
 - polietersulfonas;
 - polieterimididas, así como
 30 - poliestireno sindiotáctico.

En caso necesario, la adherencia de capas entre la masa de moldeo de poliamida y la masa de moldeo a base del polímero de punto de fusión elevado se puede obtener mediante empleo de un agente adhesivo apropiado.

- 35 Sorprendentemente se verificó que, en el modo de adición según la invención, durante la elaboración se produce un aumento significativo de la rigidez de masa fundida, a presiones de elaboración simultáneamente moderadas y carga de motor reducida. Por consiguiente, a pesar de la viscosidad de masa fundida elevada se pueden obtener rendimientos elevados en la elaboración, de lo que resulta una mejora de la rentabilidad del procedimiento de producción.

- 40 El compuesto con al menos dos unidades carbonato se añade como tal o como mezcla básica solo tras la composición, pero a más tardar durante la elaboración, en el procedimiento según la invención. En la elaboración se mezcla preferentemente la poliamida a condensar, o bien la masa de moldeo de poliamida que contiene esta poliamida como granulado con el granulado del compuesto con al menos dos unidades carbonato o la correspondiente mezcla básica. No obstante, también se puede producir una mezcla de granulado de la masa de moldeo de poliamida compuesta acabada con el compuesto con al menos dos unidades carbonato, o bien la mezcla básica, transportar o almacenar a continuación, y elaborar seguidamente. Naturalmente, de modo correspondiente
 45 también se puede proceder con mezclas de polvo. Es decisivo que la mezcla se funda solo en la elaboración. Es recomendable un mezclado minucioso de la masa fundida en la elaboración. No obstante, la mezcla básica se puede dosificar a la masa de moldeo de poliamida a elaborar de modo igualmente conveniente también como corriente de masa fundida con ayuda de una extrusora suministrada, y después mezclar minuciosamente.

Los compuestos multicapa producidos conforme al procedimiento según la invención son, a modo de ejemplo, perfiles, perfiles planos, perfiles de cámara hueca, conductos de abastecimiento, como por ejemplo conductos de abastecimiento de gasolineras, conductos de ventilación, tubos de succión de aire, bocas de llenado de tanques, conductos de combustible, conductos de ventilación de tanques, conductos de ventilación de cárteres, conductos de agente refrigerante, conductos de frenado de aire a presión, conductos hidráulicos (acoplamiento y frenado), canales para cables, revestimientos de cables, láminas planas, láminas sopladas, placas, depósitos de reserva, botellas o tanques de combustible. Tales piezas moldeadas y revestimientos se pueden producir, a modo de ejemplo, mediante coextrusión, incluyendo conextrusión secuencial o moldeo por soplado de coextrusión, como por ejemplo moldeo por soplado, moldeo por soplado 3D, procedimientos de inserción de tubos y manipulación de tubos. Estos procedimientos son estado de la técnica. Además es posible producir el compuesto multicapa con ayuda del denominado procedimiento Conex. En este caso se trata de una coextrusión, superponiéndose las capas individuales de modo comparable al de un procedimiento de arrollado (WO 97/28949).

En una forma de realización ventajosa, un tubo multicapa producido según la invención puede estar provisto de dos tapas, como se describen, a modo de ejemplo, en el modelo de utilidad DE 20 2004 004753 U1. A continuación se envuelve el tubo con cintas o rovings que contienen fibras de vidrio o aramida. De este modo se produce un depósito de reserva reducido en permeación para gases y líquidos.

A modo de ejemplo, las configuraciones de capas apropiadas en el tubo según la invención, de fuera hacia dentro, son las siguientes, representando PA la masa de moldeo de poliamida según la invención, HT la masa de moldeo a base de un polímero de punto de fusión elevado y HV agente adhesivo:

PA/HT

HT/PA

PA/HV/HT

HT/HV/PA

PA/HT/PA

HT/PA/HT

PA/HV/HT/HV/PA

PA/HT/HT (electroconductor)

PA/HT/PA/PA (electroconductor)

Según el estado de la técnica, la conductividad eléctrica de la capa interna se puede obtener, a modo de ejemplo, mediante adición de una cantidad eficaz de hollín conductor, fibrillas de grafito u otros aditivos de conductividad a la respectiva masa de moldeo.

A continuación se explicará la invención a modo de ejemplo. En los ensayos se emplearon los siguientes materiales:

PA12 regulada con amina	con 50 meq/kg de grupos NH_2 y 9 meq/kg de grupos COOH , η_{rel} aprox. 2,15.
PA12 regulada con ácido	con 8 meq/kg de grupos NH_2 y 50 meq/kg de grupos COOH , η_{rel} aprox. 2,15.
Bruggolen® M1251,	una mezcla de un policarbonato de baja viscosidad y una PA6 terminada en ácido.
Ceasit® PC	(Estearato de calcio).

En una extrusora de doble husillo de tipo Werner & Pfleiderer ZSK 30 se produjeron las composiciones indicadas en la Tabla 1.

Tabla 1: producción de las composiciones reutilizadas a continuación

	Compuesto A	Carga 1	Carga 2	Carga 3	Carga 4
PA12 regulada con amina [% en peso]	60	99,9	0	0	0
PA12 regulada con ácido [% en peso]	40	0	98,9	98,4	97,4
Brüggolen M1251 [% en peso]	0	0	1	1,5	2,5
Ceasit PC [% en peso]	0	0,1	0,1	0,1	0,1
Rendimiento [kg/h]	10	10	10	10	10
Velocidad de cizallamiento [1/min]	250	250	250	250	250
Temperatura de fusión [°C]	251	249	251	251	251
Presión de fusión [bar]	33	35	34	34	34
Rendimiento de motor [%]	73	78	72	72	72
η_{rel} según la norma DIN EN ISO 307	2,11	2,10	2,12	2,12	2,12

Ejemplo comparativo 1, así como Ejemplos 1 a 3:

5 Con un reómetro de dilatación se analizaron las composiciones indicadas en la Tabla 2 respecto a su rigidez de masa fundida a 240°C, o bien 300°C.

Los reómetros de dilatación sirven para la medición de la dilatabilidad de masas fundidas bajo velocidad de estiramiento constante, o bien bajo aceleración constante o exponencial de la barra de extracción (M. H. Wagner, A. Bernat, V. Schulze, Kautschuk Gummi Kunststoffe 50. Jahrgang, Nr. 9/97; M. H. Wagner, V. Schulze, A. Göttfert, Polymer Engineering and Science, Mid-April 1996, Vol. 36, No. 7).

10 En el caso del aparato empleado en este caso se trataba de una extrusora de laboratorio monohusillo de la firma Göttfert con un máximo de 30 rpm y dispositivo de estiramiento post-conectado. En la extrusora se elaboraron las sustancias de empleo indicadas en la Tabla 2 partiendo de granulado, o bien de una mezcla de granulado. La barra saliente se estiró hasta rotura con el dispositivo de estiramiento a diferentes velocidades, midiéndose el momento de giro necesario a tal efecto; a partir del mismo se calculó la fuerza de estiramiento. Los resultados se reflejan en la

15 Tabla 2.

Se puede detectar que, según la invención, a 300°C se obtiene aproximadamente la misma, o incluso una rigidez de masa fundida más elevada que en el caso de una masa de moldeo de PA12 convencional a la temperatura de elaboración típica de 240°C. Por lo tanto, la masa de moldeo de poliamida producida según la invención se puede

20 emplear ventajosamente en el intervalo de temperaturas de 300°C y superiores para la coextrusión con polímeros de punto de fusión elevado.

Tabla 2: mediciones con el reómetro de dilatación

		Ejemplo comparativo 1	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3
Compuesto A [% en peso]		100	0	0	0
Carga 1 [% en peso]		0	60	60	60
Carga 2 [% en peso]		0	40	0	0
Carga 3 [% en peso]		0	0	40	0
Carga 4 [% en peso]		0	0	0	40
Rendimiento [g/min]		12	12	12	12
Fuerza de estiramiento máxima [cN]	240 °C	4,5	18,5	29,2	42,1
	300 °C	2,4	4,1	5,4	7,4

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la producción de un compuesto multicapa,
- 5 a) poniéndose a disposición una masa de moldeo de poliamida, presentándose al menos un 30 % de los grupos terminales como grupos amino terminales en la poliamida empleada,
- b) produciéndose una premezcla de la masa de moldeo de poliamida y 0,005 a 10 partes en peso de un compuesto con al menos dos unidades éster de ácido carbónico con fenoles o alcoholes, referido a 100 partes en peso de poliamida,
- 10 c) en caso dado almacenándose y/o transportándose la mezcla, y
- d) coextrusionándose la mezcla a continuación con una masa de moldeo, que contiene al menos un 50 % en peso de un polímero de punto de fusión elevado, que presenta un punto de fusión de cristalita T_m de al menos en 270 °C y/o una temperatura de transición vítrea de T_g de al menos 180°C, fundiéndose la mezcla solo en la elaboración, y midiéndose T_m y T_g por medio de DSC según la norma ISO 11357.
- 15 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el polímero de punto de fusión elevado presenta una temperatura de transición vítrea T_g de al menos 190°C.
- 3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por que se emplea el compuesto con al menos dos unidades éster de ácido carbónico con fenoles y alcoholes como mezcla básica.