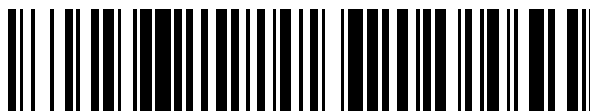


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 719 712**

51 Int. Cl.:

B29B 15/10 (2006.01)

B29K 101/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.09.2013 PCT/EP2013/069372**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.03.2014 WO14044707**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.09.2013 E 13762866 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.01.2019 EP 2897775**

54 Título: **Procedimiento para la producción de materiales compuestos**

30 Prioridad:

21.09.2012 EP 12185463

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

12.07.2019

73 Titular/es:

COVESTRO DEUTSCHLAND AG (100.0%)

Kaiser-Wilhelm-Allee 60

51373 Leverkusen, DE

72 Inventor/es:

GROSSER, ULRICH;

HORN, KLAUS;

GRIMM, THOMAS y

WENZ, ECKHARD

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 719 712 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

Procedimiento para la producción de materiales compuestos

El objeto de la invención es un procedimiento continuo para producir termoplásticos provistos de fibras de refuerzo por el uso de micropartículas. Los procedimientos de producción se refieren a aquellos materiales compuestos que contienen las fibras de refuerzo ordenadas en disposición paralela (o predominantemente paralela) en la matriz termoplástica.

En general, se conoce que los polímeros, por ejemplo, polímeros termoplásticos, pueden modificar sus propiedades mecánicas, térmicas y otras por incrustación de fibras de refuerzo; también se describen numerosos procedimientos de producción distintos para tales compuestos y también se aplican en la práctica. Por ejemplo, para producir perfiles lineales reforzados con fibras sin fin con una matriz termoplástica, se pueden estirar fibras de refuerzo sin fin a través de un baño de impregnación en el cual el termoplástico está disuelto en un disolvente. Tras eliminar el disolvente restante del producto de impregnación, permanece un perfil lineal reforzado con fibras sin fin con matriz termoplástica, en el cual están dispuestas en paralelo las fibras de refuerzo. También existe la posibilidad de la impregnación en polvo, en la cual (tras aplicar polvos termoplásticos sobre las fibras de refuerzo) se impregnan los monofilamentos de la madeja de fibras de refuerzo por la fusión del termoplástico.

En principio, existe la posibilidad de estirar el mechón de fibras de refuerzo sin fin directamente a través de una masa fundida termoplástica para obtener así una impregnación. Sin embargo, en este sentido, existe la dificultad fundamental de que, a las temperaturas de fusión en las cuales el termoplástico aún no se modifica químicamente o se descompone, las viscosidades del termoplástico fundido son relativamente altas, de manera que los productos de impregnación y las propiedades del compuesto resultantes de ello a menudo no son satisfactorias.

Una posibilidad para producir perfiles lineales reforzados con fibras termoplásticas mediante un procedimiento de pultrusión fundida se describe en el documento EP 56 703 B1. En este sentido, resulta característico que, en la técnica de pultrusión, la madeja de fibras en primer lugar se impregne y después se ajusta la relación fibra/matriz. Lo último ocurre, por ejemplo, al retirar el polímero excedente por una boquilla de calibrado.

El documento JP 2008-302595 revela un procedimiento de producción para placas de material compuesto en el cual se lamina una estera que contiene una fibra termoplástica y/o un termoplástico pulvurulento, así como una carga inorgánica.

El documento DE 2009/0155522 A1 describe materiales compuestos termoplásticos reforzados con fibra ligeros con tenacidad, resistencia a la deformación por calor y flexibilidad mejoradas. En este contexto, también se revela la producción de productos preimpregnados. En este sentido, se usan polvos termoplásticos, que se aplican sobre las fibras del producto preimpregnado por sinterización. Como ejemplo se mencionan polvos de polipropileno con un diámetro promedio de 250 µm.

En el documento US 2006/0137799 A1 se revelan materiales compuestos termoplásticos con propiedades de absorción de ruido. Estos materiales están constituidos a partir de diversas fibras, pudiendo añadirse para la producción de un material compuesto una resina (resina aglutinante) antes del tratamiento térmico de la placa de material compuesto. La resina (resina aglutinante) puede añadirse en forma de polvo, flóculos, espuma, líquido o granulado. Sin embargo, en este sentido, no se describe qué requisitos tienen que exigirse a la aplicación de la resina para garantizar una producción sin dificultades de los materiales compuestos y buenas calidades de producto.

El documento EP 1 770 115 describe un procedimiento para producir un producto semielaborado plano, reforzado con fibras y termoplásticamente procesable, mezclándose un polímero termoplástico con fibras de refuerzo y prensándose en caliente para formar el producto semielaborado. En este sentido, en una forma de realización, se muele granulado polimérico para formar polvo, este se dispersa en agua, la dispersión se mezcla con fibras de refuerzo, la mezcla se seca y se prensa en caliente para formar el producto semielaborado.

El objeto del documento US 2003/538357 A1 es un procedimiento para producir placas de material compuesto usando un material orgánico pulvurulento.

Los últimos escritos se basan en que se usa un polvo termoplástico.

En el documento DE 691 07 203 T2 se describe un procedimiento para impregnar fibras, que usa partículas que tienen un tamaño de preferentemente < 250 µm. Sin embargo, en el caso del procedimiento descrito, las partículas no se funden y se prensan en la fibra, sino que las partículas están presentes en forma de un aerosol, generándose el aerosol con un lecho fluidizado y no necesitando el procedimiento en particular ninguna calibración así como posibilitando una impregnación muy regular.

El documento US 1986/4626306 describe un procedimiento con cuya ayuda pueden humectarse fibras unidireccionales con partículas finas al guiarse las fibras a través de un baño lleno de partículas. Las partículas están presentes en un tamaño de 5 a 25 µm.

El documento WO 02/068356 describe un procedimiento para encolar fibras para hilar con ayuda de partículas de polvo duroplásticas. El tamaño de partícula promedio se encuentra entre 1 y 60 µm, preferentemente entre 10 y 30 µm, más preferentemente entre 15 y 20 µm.

5 En el documento EP 0 885 704 B1 se describe un procedimiento que describe la producción de productos preimpregnados de fibra de carbono, que consta principalmente de resinas duroplásticas y los corpúsculos de resina termoplástica constituyen menos del 20 % del peso de todo el producto preimpregnado. Además, se describe que el tamaño de las partículas termoplásticas tiene que ser < 150 µm, puesto que en caso contrario el grosor del material compuesto que va a producirse es mayor que lo necesario y, con ello, disminuyen las propiedades físicas.

10 Para la producción de materiales compuestos, o también llamados chapas orgánicas, a base de la tecnología de productos preimpregnados, se emplean hoy en día procedimientos de varios pasos que constan de las siguientes etapas de procedimiento:

- moler granulado para formar polvo
- tamizar el polvo
- producir el producto preimpregnado en polvo
- 15 - prensar el producto preimpregnado en polvo para formar chapas orgánicas

Se denomina «producto preimpregnado para chapas orgánicas» un producto semielaborado de fibras drapeable, preimpregnado, con material de matriz termoplástica (por ejemplo, tejido, malla textil, material no tejido o similar).

20 La molienda del granulado para formar polvo se realiza por la utilización de molinos adecuados. Para ello, se usan frecuentemente, por ejemplo, molinos de clavijas o molinos vibratorios. Según el tipo de molino, distintos mecanismos de trituración pueden predominar en el procedimiento, triturándose el plástico la mayoría de las veces por fricción o esfuerzo de choque. Para la producción de productos semielaborados reforzados con fibras (chapas orgánicas), se utilizan por regla general termoplásticos industriales. Muchos de estos termoplásticos industriales (por ejemplo, PA, PP, PC, PET, PEEK, PPS) presentan un comportamiento muy dúctil incluso en el caso de carga repentina, lo cual tiene como consecuencia para el procedimiento de molienda que los materiales se doblan en lugar de romperse, o incluso pueden fundirse a causa del desarrollo de calor. Durante la molienda con nitrógeno líquido o CO₂, los plásticos de este tipo tienen que refrigerarse parcialmente por debajo de -196 °C para romperse de manera resquebrajada durante la molienda. Esta etapa adicional de refrigeración está unida a altos costes (energéticos) para todo el procedimiento, y empeora masivamente la rentabilidad.

30 Para la producción de productos preimpregnados en polvo para chapas orgánicas de acuerdo con el estado de la técnica, pueden utilizarse polvos con determinados intervalos de tamaño de grano. Para ello, en una etapa posterior a la molienda, el polvo generado se clasifica por distintos tamices. Tanto por el rendimiento del procedimiento como por la idoneidad del procesamiento, las áreas preferentes se encuentran entre 200 µm y 500 µm.

35 A continuación, el plástico termoplástico en forma de polvo se aplica sobre un tejido, malla textil, material no tejido de fibras o similar y se funde por aporte de calor. Por la refrigeración posterior, el plástico se adhiere a la fibra y el compuesto («producto preimpregnado») puede enrollarse y seguir procesándose posteriormente.

40 A este respecto, por un equipo de dosificación se determina cuánto polvo se esparce sobre el tejido de fibras. Esto determina finalmente la relación entre la fibra y la matriz en el caso de la chapa orgánica posterior. Instalaciones típicas para la dosificación son, por ejemplo, las máquinas esparcidoras de la empresa Schilling-Knobel GmbH. Según el sustrato o la forma o tamaño de sustrato, son adecuadas distintos tipos de máquina. En el caso de la etapa de la dosificación, resulta decisiva una distribución uniforme de la matriz polimérica sobre el tejido de fibras, con el fin de garantizar en el componente posterior una impregnación homogénea y continua de la chapa orgánica. Por esta razón, no es posible la utilización de granulado termoplástico en forma y tamaño de uso comercial para aplicaciones de moldeo por inyección o de extrusión (aproximadamente 3-5 mm de diámetro), puesto que o bien el porcentaje de polímero sería considerablemente demasiado alto, o por el contrario, en el caso de menor dosificación, no se da una impregnación lo suficientemente buena de las fibras.

45 Los granulados poliméricos pueden producirse a partir de distintos procedimientos conocidos por el experto. Entre otras cosas, pueden extruirse madejas poliméricas refrigeradas por agua o por aire y triturarse en un granulador montado a continuación. Como alternativa, existe la posibilidad de generar granulados directamente en la placa de toberas a través de granulación por agua debajo de la criba, hablándose en este caso de granulado de cabeza. En el contexto de la invención, se ha demostrado que específicamente el granulado de cabeza de forma y tamaño definidos es especialmente adecuado para la producción de perfiles lineales termoplásticos reforzados con fibras sin fin, aunque hoy en día se utilizan para ello, de forma predeterminada, termoplásticos pulvulentos.

55 Las propiedades específicas de material de las chapas orgánicas se determinan de manera decisiva por el material de fibra y de matriz utilizados y sus porcentajes en volumen. Además, tiene una importancia crucial el número y la disposición de los estratos de fibra y de matriz en la chapa orgánica. Los últimos parámetros se fijan tras la producción del producto preimpregnado. Para un procedimiento de elaboración en una prensa continua o semicontinua, los productos preimpregnados en polvo producidos anteriormente y enrollados se disponen de manera definida y simultáneamente se retraen con avance constante en una zona caliente y de presión. En la primera área

de la prensa, los estratos de producto preimpregnado se calientan a presión constante. Por regla general, las temperaturas de procesamiento se encuentran entre 200 y 300 °C. En la segunda área de la prensa se encuentra la zona de refrigeración. En este caso, las chapas orgánicas se refrigeran hasta el punto que el material de matriz se congela y el material de fibra mantiene la forma.

- 5 Según el material, el número de estratos y la tecnología de instalaciones y equipos, la velocidad de procesamiento puede variar entre $< 5\text{m/h}$ y $> 30\text{m/h}$. El objetivo más importante para un procedimiento bien guiado es la impregnación completa de las fibras. Para conseguir esto, la velocidad de producción y la temperatura tienen que ajustarse correspondientemente, teniendo la mayor influencia en este caso la viscosidad del material de matriz.

- 10 Todos los procedimientos de producción conocidos hasta hoy para chapas orgánicas a base de productos preimpregnados tienen la desventaja de que los polvos presentan grandes dispersiones y el procedimiento de molienda es muy complejo y, según el polímero tiene que realizarse, por ejemplo, bajo refrigeración de nitrógeno, lo cual está unido energéticamente a un alto gasto.

- 15 Dado que el polvo utilizado se produce en una etapa de procedimiento aguas arriba por la molienda de termoplásticos en forma de granulado, el sustrato molido presenta, por regla general, una dispersión muy amplia del tamaño de grano. La distribución del tamaño de grano oscila desde partículas muy pequeñas ($< 1\ \mu\text{m}$) hasta partículas muy grandes ($> 1000\ \mu\text{m}$). Los sustratos con una dispersión del tamaño de grano amplia de este tipo no son en absoluto adecuados para el procedimiento de la producción de productos preimpregnados. Por esta razón, se realiza la etapa intermedia del cribado. En este sentido, el porcentaje fino y grueso se separa lo mejor posible del sustrato restante con tamices adecuados. No obstante, en la práctica, se demuestra que no es posible una separación completa (especialmente del porcentaje fino). En el transcurso de procedimiento posterior, este porcentaje fino tiene la gran desventaja de que las máquinas de procesamiento ensucian mucho y una limpieza es muy compleja. Aparte de eso, en procedimientos guiados muy desfavorablemente, el desecho (porcentaje fino y grueso) puede ascender hasta el 50 %.

- 25 Otra razón de la contaminación de las instalaciones es la geometría de los corpúsculos en polvo, que es muy irregular y presenta numerosos bordes y ángulos agudos. Por esta razón, la fluidez de los polvos de este tipo es relativamente deficiente. Sin embargo, para el procedimiento de la producción de producto preimpregnado resulta de gran interés una buena fluidez, puesto que con ello no existe el riesgo de que el sustrato llegue a quedarse parado, mediante lo cual podría interrumpirse una dosificación continua y, por lo tanto, la producción del producto preimpregnado.

- 30 Por eso, aunque los conjuntos de aparatos están diseñados para una contaminación cruzada lo menor posible, se producen sedimentaciones de productos a granel que dificultan considerablemente un cambio de tipos de polvo, puesto que los aparatos están contaminados por el tipo de polvo anterior. Sin embargo, la demanda de un riesgo reducido de contaminación en el cambio a otro tipo de producto a granel es cada vez más frecuente. Además, por el polvo fino en el aire, aparte de pérdida considerable de material, existe en principio el riesgo de una explosión de polvo, puesto que en un entorno más próximo a las máquinas dosificadoras se trabaja a altas temperaturas (radiadores de IR).

- 40 El uso de polvos tiene así la desventaja de los procesos de molienda complejos con escasos rendimientos para llegar a formar un polvo con un tamaño de partícula promedio de 200 - 500 μm , cuyos granos tienen bordes afilados y poseen un porcentaje fino. Por encima de este límite de 500 μm , en el estado de la técnica no se describe en detalle ningún procedimiento establecido para producir chapas orgánicas. En el intervalo por debajo de 500 μm , no hay ninguna alternativa rentable al polvo. Además, con un tamaño de grano decreciente, aumenta el coste de producción y se reduce el rendimiento, mediante lo cual un procedimiento es cada vez más antieconómico. Por eso, existe la necesidad de un procedimiento rentable que permita asimismo un mayor tamaño de grano. Además, este procedimiento debería posibilitar asimismo una distribución uniforme del termoplástico para conseguir una tasa de fusión uniforme.

- 45 Por lo tanto, el objetivo de la presente invención era poner a disposición un procedimiento con cuya ayuda es más rentable y más económico todo el procedimiento para producir perfiles lineales reforzados con fibras sin fin. Aparte de eso, el objetivo era proporcionar un procedimiento de producción optimizado al uso de las partículas específicas, que posibilita un cambio de material más rápido con menor coste de limpieza.

- 50 Sorprendentemente, se ha descubierto que los termoplásticos con una geometría determinada originan una menor contaminación cruzada de las instalaciones y, por eso, posibilitan un cambio simplificado entre distintos lotes y, por lo tanto, posibilitan una calidad de producto igualmente buena o incluso aumentada con menor esfuerzo de trabajo. Asimismo, se ha descubierto sorprendentemente que pueden utilizarse termoplásticos con un mayor tamaño de grano si los granos poseen esta geometría especial y esto da como resultado asimismo una mejor distribución del polímero sobre la superficie.

- 55 El objeto de la invención es un procedimiento para producir un perfil de material compuesto o banda reforzados con fibras sin fin, caracterizado porque se usa al menos un termoplástico en forma de micropartículas casi esféricas. Las micropartículas casi esféricas de acuerdo con la invención están caracterizadas porque al menos el 80 %, preferentemente el 90 %, más preferentemente el 95 %, presentan un ángulo de contorno de $> 90^\circ$, preferentemente de $> 105^\circ$, más preferentemente de $> 120^\circ$.

Además, las micropartículas esféricas están caracterizadas porque al menos el 80 %, preferentemente el 90 %, más preferentemente el 95 %, presentan un diámetro máximo menor o igual a 2000 μm , preferentemente menor o igual a

1700 µm, más preferentemente menor o igual a 1300 µm. Para ello, al menos el 80 %, preferentemente el 90 %, más preferentemente el 95 %, de las partículas tienen un diámetro máximo en el intervalo mayor o igual a 400 µm.

La caracterización de las micropartículas esféricas se realiza de la siguiente manera:

- 5 la determinación de la geometría se realiza por la evaluación bidimensional gráfica mediante micrografías de las micropartículas o corpúsculos en polvo. A este respecto, la geometría de corpúsculo ideal en la vista en planta se corresponde con una sección transversal circular. La desviación máxima de la geometría ideal se determina porque áreas en las cuales el contorno de corpúsculo discurre de manera muy discontinua se aproximan y se miden por cuerdas adecuadas. (Se denomina cuerda la sección de una secante que está dentro del contorno de corpúsculo (véase la ilustración 3)). Para las mediciones representadas, las longitudes de las cuerdas ascienden al 15,6 % del diámetro máximo de corpúsculo D, de manera que, en el caso de un ángulo interior de 162° de dos cuerdas adyacentes, por definición se da en este área un contorno de corpúsculo casi circular. Cuanto más por debajo de esta medida se encuentre el ángulo, más alejado estará el contorno de corpúsculo de la forma circular ideal. La elección de la longitud de cuerda adecuada se realiza por la circunferencia unitaria con radio r = 1. El círculo se divide en 20 segmentos del mismo tamaño, de manera que cada elemento se corresponde con una sección circular de 18° de tamaño (véase la ilustración 3).
15 Por lo tanto, a través de las relaciones trigonométricas, se produce la siguiente correlación entre el radio r y la longitud de cuerda s

$$s = r \cdot \frac{\text{sen}(\alpha)}{\cos\left(\frac{\alpha}{2}\right)} \quad \text{con } \alpha = 18^\circ \quad \text{y} \quad r = \frac{D}{2} \quad \text{se produce:} \quad s = D \cdot 0,156$$

correspondiéndose D con el diámetro máximo de corpúsculo o a la extensión máxima de corpúsculo.

- 20 La producción de micropartículas esféricas se realiza preferentemente por granulación por agua debajo de la criba. A este respecto, en primer lugar el material termoplástico se mezcla a temperatura de fusión por una unidad de compuesto, por ejemplo, una amasadora de tornillo sin fin de doble husillo. Según el caudal del material deseado, los modelos de la amasadora de tornillo sin fin de doble husillo pueden ser de diferente tamaño. En la salida de la unidad de compuesto se encuentra una placa de toberas, a través de la cual se presiona el termoplástico en forma de masa fundida. En el baño de agua posterior, este se solidifica repentinamente y se confecciona por cuchillas rotatorias. Las placas de toberas adecuadas se proporcionan por la empresa Gala (Xanten/Alemania). Para el tamaño de las micropartículas esféricas y la idoneidad depende de ello para la producción posterior de chapas orgánicas, resulta decisiva sobre todo la elección de la placa de toberas. Ha resultado ser ventajoso usar placas de toberas con diámetros de agujero menores o iguales a 1500 µm, preferentemente menores o iguales a 1000 µm, más preferentemente menores o iguales a 600 µm. Además de la elección de la placa de toberas, para la producción de las micropartículas esféricas de acuerdo con la invención también tiene una importancia crucial la frecuencia de corte adecuada de las cuchillas rotatorias. La elección de la frecuencia de corte adecuada o velocidad de giro de las cuchillas rotatorias depende sobre todo del número de las hojas de cuchilla, del tamaño de la placa de toberas, del número de agujeros en la placa de toberas, de la temperatura del agua, de la temperatura de procedimiento del polímero, de la cantidad de caudal y del polímero utilizado. Por ejemplo, para la producción de una combinación de PC ABS, se usó una placa de toberas con 32 agujeros de cada uno 0,5 mm a una temperatura de procesamiento de 280 °C y un caudal de material de 18 kg/h. A una temperatura de 90 °C y una cuchilla rotatoria con 7 hojas, se producen entonces a una velocidad de giro de 4000 rpm micropartículas esféricas de acuerdo con la invención.

- 40 La producción de los productos preimpregnados de micropartículas se realiza análogamente al procedimiento de los productos preimpregnados en polvo, con la diferencia de que, con la utilización de micropartículas esféricas, también pueden usarse equipos de dosificación habituales para intervalos de tamaño de grano correspondientemente mayores. A través de estos equipos de dosificación, dependiendo del producto semielaborado de fibra utilizado y de las propiedades deseadas del producto semielaborado posterior, el contenido de volumen de fibras se ajusta a través de la dosificación de las micropartículas esféricas. Los contenidos de volumen de fibras habituales se encuentran en el intervalo entre el 30 y el 70 % en volumen, preferentemente entre el 40 y el 60 % en volumen, más preferentemente entre el 45 y el 55 % en volumen. La dosificación se realiza a temperatura ambiente y es un procedimiento continuo. En cuanto las micropartículas esféricas se han dosificado al producto semielaborado de fibras y se encuentran «seltas» sobre el lado superior del producto semielaborado de fibras, se pasa por la zona caliente de la instalación de producto preimpregnado. En este sentido, los radiadores de calefacción deberían estar ajustados de manera que el material de matriz se caliente hasta las temperaturas de procesamiento de moldeo por inyección recomendadas, de manera que se funda y se adhiera al producto semielaborado de fibras. A continuación, se mencionan a modo de ejemplo intervalos de temperatura para distintos termoplásticos a base de PC.

Para PC puro, estas temperaturas se encuentran en el intervalo entre 270 y 320 °C, preferentemente entre 280 y 310 °C, más preferentemente entre 290 y 300 °C.

- 55 Para combinaciones de PC-ABS, estas temperaturas se encuentran en el intervalo entre 240 y 300 °C, preferentemente entre 250 y 290 °C, más preferentemente entre 260 y 270 °C.

Para combinaciones de PC-PET, estas temperaturas se encuentran en el intervalo entre 250 y 300 °C, preferentemente entre 260 y 290 °C, más preferentemente entre 270 y 280 °C.

Para combinaciones de PC-PBT, estas temperaturas se encuentran en el intervalo entre 240 y 300 °C, preferentemente entre 250 y 290 °C, más preferentemente entre 260 y 270 °C.

- 5 Para mantener la calidad del material termoplástico, resulta ventajoso mantener lo más bajo posible el tiempo de actuación de la carga térmica. En el procedimiento, esto se controla principalmente por la velocidad de avance del producto preimpregnado y la potencia del campo del radiador, lo cual tiene que ajustarse individualmente según el tipo de polímero o específicamente la capacidad térmica del polímero, del porcentaje de volumen de matriz ajustado y del producto semielaborado de fibras utilizado. Ha resultado ser ventajoso ajustar un tiempo de actuación de la
- 10 carga térmica menor o igual a 5 min, preferentemente menor o igual a 3 min, más preferentemente menor o igual a 1 min. Para un termoplástico a base de PC combinado con un producto semielaborado de fibra de vidrio con una anchura de 1 m y un peso superficial de 600 g/m² con un contenido de volumen de fibras del 50 % en volumen que va a obtenerse, esto puede realizarse, por ejemplo, porque se utiliza un campo del radiador de 1 m² con una potencia nominal de como mínimo 5,2 KW, y la velocidad de avance del producto preimpregnado se ajusta a
- 15 0,03 m/s.

Tras la fusión del material de matriz en el producto semielaborado de fibras, se refrigera todo el compuesto y puede enrollarse como producto preimpregnado de micropartículas y seguir procesándose posteriormente.

- 20 La producción de chapas orgánicas a base de productos preimpregnados de micropartículas se realiza análogamente al procedimiento de producción a base de productos preimpregnados en polvo. Para un procedimiento de elaboración en una prensa continua o semicontinua, los productos preimpregnados de micropartículas producidos anteriormente y enrollados se disponen de manera definida y simultáneamente se retraen con avance constante en una zona caliente y de presión. En la primera área de la prensa, los estratos de producto preimpregnado se calientan a presión constante.

- 25 De manera similar a la producción de los productos preimpregnados de micropartículas, la cantidad de potencia térmica que va a introducirse y la duración del tiempo de actuación depende mucho del material de matriz utilizado, del material de fibra utilizado y, sobre todo, de la estratificación y el número de los productos preimpregnados de micropartículas. A continuación, se mencionan a modo de ejemplo intervalos de temperatura para distintos termoplásticos a base de PC.

- 30 Para PC puro, estas temperaturas se encuentran en el intervalo entre 270 y 320 °C, preferentemente entre 280 y 310 °C, más preferentemente entre 285 y 295 °C.

Para combinaciones de PC-ABS, estas temperaturas se encuentran en el intervalo entre 240 y 300 °C, preferentemente entre 250 y 290 °C, más preferentemente entre 265 y 280 °C.

Para combinaciones de PC-PET, estas temperaturas se encuentran en el intervalo entre 250 y 300 °C, preferentemente entre 260 y 290 °C, más preferentemente entre 270 y 285 °C.

- 35 Para combinaciones de PC-PBT, estas temperaturas se encuentran en el intervalo entre 240 y 300 °C, preferentemente entre 255 y 290 °C, más preferentemente entre 270 y 280 °C.

- 40 El tiempo de actuación a los intervalos de temperatura representados tiene que elegirse de manera que, por una parte, esté garantizada una buena impregnación de las fibras pero, por otra parte, la duración de actuación no sea demasiado larga, de manera que se produce una descomposición del material de matriz. Ha resultado ser ventajoso si el tiempo de actuación para los termoplásticos representados en los intervalos de temperatura mencionados asciende a entre 5 y 20 min, preferentemente a entre 8 y 15 min, más preferentemente a entre 10 y 13 min.

- 45 En general, la matriz termoplástica de los materiales compuestos de acuerdo con la invención puede constar de los más distintos materiales termoplásticos. Resulta esencial que el termoplástico posea un bajo intervalo de reblandecimiento o un menor punto de fusión que el material del que constan las fibras de refuerzo. Por ejemplo, se consideran termoplásticos en el sentido más amplio, es decir, sustancias que se comportan termoplásticamente de manera reversible o intermedia, por ejemplo, plásticos termoplásticos y fases termoplásticas de durómeros.

- 50 En el sentido de la invención, son adecuados todos los materiales termoplásticamente procesables tales como, por ejemplo, poliolefinas, en particular polipropileno (PP) y polietileno (PE), polímeros de vinilo tales como, por ejemplo, haluros de polivinilo, ésteres de polivinilo, éteres de polivinilo, poliacrilatos, polimetacrilatos, en particular polimetilmetacrilato (PMMA), poliamidas, en particular poliamida 6 y 66, así como 12, poliuretanos termoplásticos, poliureas, poliimidas, poliésteres, en particular tereftalato de polietileno (PET) y tereftalato de polibutileno (PBT), poliéteres, poliestirenos, poliestireno sindiotáctico, polihidantoínas, óxidos de polifenileno, sulfuros de polifenileno, polisulfonas, policarbonatos, en particular policarbonatos BPA, copolicarbonatos BPA/TMCBPA y copolicarbonatos de siloxano/BPA, policarbonatos de poliéster, acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), acriléster-estireno-
- 55 acrilonitrilo (ASA), precursores de resinas fenólicas, precursores de resina de furano, precursores de resina de melamina, precursores de resina epoxi, compuestos con enlaces dobles capaces de polimerización y/o poliadición,

precursores de poliimida, cetonas de poliéter, sulfonas de poliéter, imidas de poliéter, imidas de poliamida, polifluoroalquenos, carbonatos de poliéster y polímeros de cristal líquido, así como ésteres de celulosa orgánicos y, aparte de eso, polímeros termoplásticos no polares (por ejemplo, poliolefinas), cuyos grupos polares se han injertado.

5 También pueden utilizarse mezclas de los materiales termoplásticos mencionados, que constan de dos y varios componentes.

10 En una forma de realización preferente, se utilizan plásticos termoplásticos, en particular policarbonatos, en particular policarbonato BPA, copolicarbonatos BPA/TMC-BPA y copolicarbonatos de siloxano/BPA, carbonatos de poliéster así como mezclas de estos con poliéster, en particular tereftalato de polietileno (PET) y tereftalato de polibutileno (PBT), así como mezclas de estos con acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) y acriléster-estireno-acrilonitrilo (ASA).

15 En el caso de las fibras de refuerzo ordenadas en paralelo, se trata de fibras de refuerzo sin fin que pueden estar presentes, por ejemplo, como fibras individuales (monofilamentos), fibras para hilar, madejas, hilos, hilos retorcidos o sogas. Preferentemente, los filamentos individuales presentan diámetros en el intervalo de 0,5 a 50 µm. Por fibras de refuerzo sin fin o filamentos se entienden aquellos que presentan generalmente una longitud que se corresponde con la longitud de perfil lineal o de la banda que va a producirse.

Las fibras de refuerzo pueden estar presentes como fibras sin fin en forma de tejidos, mallas textiles, trenzados, y como fibras largas en forma de esteras de fibras irregulares o materiales no tejidos. En el contexto de esta invención, se utilizan preferentemente tejidos, mallas textiles y materiales no tejidos.

20 La estructura química de las fibras de refuerzo puede ser de distinto tipo. Solo resulta esencial que las fibras de refuerzo posean un punto de reblandecimiento o de fusión mayor que la matriz termoplástica respectivamente presente. Ejemplos de materiales de fibra son materiales inorgánicos como vidrios silíceos y no silíceos de distinto tipo, carbono, basalto, boro, carburo de silicio, metales, aleaciones metálicas, óxidos metálicos, nitruros metálicos, carburos metálicos y silicatos, así como materiales orgánicos tales como polímeros naturales y sintéticos, por ejemplo, poliacrilonitrilos, poliésteres, fibras de poliolefina estiradas ultraelevadas, poliamidas, poliimidadas, aramidas, polímeros de cristal líquido, sulfuros de polifenilo, cetonas de poliéter, cetonas de polieteretercetonas, polieterimidadas, algodón y celulosa. Resultan preferentes materiales de elevado punto de fusión, por ejemplo, vidrios, carbono, aramidas, basalto, polímeros de cristal líquido, sulfuros de polifenilo, cetonas de poliéter, polieteretercetonas y polieterimidadas. Fibras de refuerzo especialmente preferentes son fibras de vidrio y fibras de carbono.

30 **Denominaciones de ilustraciones**

Ilustración 1 muestra la representación esquemática de una caja de descarga, con cuya ayuda se ha medido la fluidez de los polvos y micropartículas esféricas

Ilustración 2 muestra las condiciones límite para los ensayos de flexión mecánicos

35 Ilustración 3 muestra la división de la circunferencia unitaria en segmentos del mismo tamaño y representa el ángulo de contorno que se utiliza para caracterizar los corpúsculos en polvo y las micropartículas

Ilustración 4 muestra una micropartícula esférica en vista en planta aumentada (micropartícula esférica #1)

Ilustración 5 muestra dos micropartículas esféricas en vista en planta aumentada (micropartículas esféricas #2, #3)

40 Ilustración 6 muestra dos micropartículas esféricas en vista en planta aumentada (micropartículas esféricas #4, #5)

Ilustración 7 muestra dos corpúsculos en polvo en vista en planta aumentada (corpúsculos en polvo #1, #2)

Ilustración 8 muestra un corpúsculo en polvo en vista en planta aumentada (corpúsculo en polvo #3)

Ilustración 9 muestra dos corpúsculos en polvo en vista en planta aumentada (corpúsculos en polvo #4, #5)

Ilustración 10 muestra un haz de micropartículas esféricas en vista en planta aumentada

45 Ilustración 11 muestra un haz de corpúsculos en polvo en vista en planta aumentada

Ejemplos

Producción de las muestras de ensayo (productos preimpregnados y chapas orgánicas)

50 Las chapas orgánicas producidas en la presente invención se produjeron con ayuda de la tecnología de productos preimpregnados. Para ello, en primer lugar se generaron polvos y micropartículas a partir de Bayblend T65XF en forma de granulado de uso comercial.

Producción del polvo polimérico

El polvo de Bayblend T65XF se produjo con ayuda de un molino de clavijas contrarrotativo del tipo Malvern Hydro 2000S. A este respecto, se refrigeró y se molió Bayblend T65 XF de uso comercial (combinación de PC/ABS, Vicat B120 = 120 °C). Las velocidades de giro de la carcasa y el rotor de puerta se ajustaron a 8500 rpm. Se consiguieron buenos resultados con un ajustes de procedimiento en el cual la temperatura de material en la salida del molino se encontraba a -25 °C. Como medio de refrigeración se utilizó nitrógeno líquido. El polvo obtenido se tamizó y se clasificó para el procesamiento posterior. Para la producción del producto preimpregnado, se utilizó preferentemente la clasificación 100 - 400 µm.

Producción de las micropartículas esféricas

Las micropartículas de Bayblend T65 XF se produjeron con ayuda de una extrusora de doble husillo con un diámetro de husillo de 25 mm. A este respecto, se volvió a extruir Bayblend T65 XF de uso comercial (combinación de PC/ABS, Vicat B120 = 120 °C) a una temperatura de fusión de 280 °C y un caudal del material de 18 kg/h. Como sistema de granulación para producir las micropartículas, se usó una granulación por agua debajo de la criba de la empresa Gala (Xanten/Alemania). A este respecto, para la conformación de las micropartículas en la salida del material fundido, se usó una placa de toberas con 32 agujeros de cada uno 0,5 mm. Las micropartículas se solidificaron a 90 °C en contacto con el agua directamente tras la salida de la tobera y se cortaron con una cuchilla rotatoria (7 hojas) a 4000 rpm. Después, las micropartículas se secaron en una secadora centrífuga posconectada y se envasaron.

Producción de los productos preimpregnados y chapas orgánicas:

Como tejido para las chapas orgánicas, se utilizaron tejidos de fibra de vidrio del tipo Hexcel HexForce 1038 (sarga 2/2, 600 g/m²). La producción de los productos preimpregnados se realizó como se describe en el estado de la técnica. Para ello, se utilizó la instalación de productos preimpregnados del Instituto de Materiales Compuestos (IVW, por sus siglas en alemán) en Kaiserslautern. Las zonas de temperatura para la producción de los productos preimpregnados se ajustó como sigue:

- o zona de calor 1 = 255 °C
- o zona de calor 2 = 265 °C
- o zona de calor 3 = 275 °C

Para la producción de los productos preimpregnados con polvo polimérico y micropartículas esféricas, se usaron respectivamente los mismos ajustes de procedimiento. Para la producción de las chapas orgánicas, se prensaron respectivamente cuatro estratos de productos preimpregnados sobre una prensa estática. La presión de contacto ajustada ascendió constantemente a 25 bar. La prensa se calentó a una temperatura de procesamiento de 260 °C y se mantuvo aproximadamente 15 min. A continuación, la prensa se refrigeró nuevamente a temperatura ambiente. Finalmente, se recortaron muestras para ensayos de flexión del área definida en el centro de las chapas orgánicas.

Resultados del ensayo**Pruebas de fluidez**

Para medir las distintas fluideces de los polvos poliméricos y las micropartículas esféricas, se construyó una caja transparente (en lo sucesivo, también denominada caja de descarga) con dimensiones interiores 100 mm x 100 mm x 50 mm, estando abierta desde arriba esta caja y pudiendo abrirse y cerrarse un lado con las dimensiones 100 mm x 50 mm. En una superficie lateral de 100 mm x 100 mm está colocada una escala angular para el intervalo 0° - 90° (véase la ilustración 1).

Secuencia de ensayo y evaluación:

Para el ensayo, la caja de descarga se cerró en primer lugar por todas las superficies laterales, de manera que solo está abierta hacia arriba. A través de este lado abierto, la caja de descarga se llena de sustrato (polvo o micropartículas) hasta por encima del borde superior de las superficies laterales. A continuación, se desprende el sustrato excedente, de manera que el relleno finaliza a ras con los bordes superiores de las superficies laterales.

Después, se abre la una superficie lateral (superficie 5, ilustración 1), de manera que el sustrato fluye fuera de la caja de descarga. Este sustrato que fluye hacia fuera se recoge en primer lugar en un recipiente colector. Según la naturaleza del sustrato, se configuran distintos ángulos de deslizamiento (véase la ilustración 1), que pueden leerse con ayuda de la escala colocada. Los valores leídos están denominados con «Ángulo de deslizamiento» en la tabla 1. A continuación, el sustrato que queda en la caja de descarga se vierte en un segundo recipiente colector y se pesa. Estos valores están indicados con «Masa restante» en la tabla 1. Por último, se añade el sustrato del primer recipiente colector y se pesa asimismo. Estos valores están denominados con «Masa total» en la tabla 1.

Este ensayo se lleva a cabo tres veces por sustrato.

Tabla 1

Matriz de ensayo	Magnitudes medidas	Micropartícula esférica	Polvo (> 400 µm)	Polvo (100 µm - 400 µm)
Ensayo 1	Masa total	336,80 g	234,00 g	216,50 g
	Ángulo de deslizamiento	31,00°	51,00°	73,00°
	Masa restante	99,46 g	130,00 g	180,00 g
	Porcentaje restante	29,53 %	55,56 %	83,14 %
Ensayo 2	Masa total	339,70 g	229,60 g	215,10 g
	Ángulo de deslizamiento	31,00°	44,00°	73,00°
	Masa restante	98,74 g	109,10 g	172,00 g
	Porcentaje restante	29,07 %	47,52 %	79,96 %
Ensayo 3	Masa total	342,20 g	238,80 g	218,20 g
	Ángulo de deslizamiento	31,00°	67,00°	70,00°
	Masa restante	101,98 g	158,50 g	153,50 g
	Porcentaje restante	29,80 %	66,37 %	70,35 %
Valores medios	Masa total	339,57 g	234,13 g	216,60 g
	Ángulo de deslizamiento	31,00°	54,00°	72,00°
	Masa restante	100,06 g	132,53 g	168,50 g
	Porcentaje restante	29,47 %	56,48 %	77,82 %

Realización de los ensayos de flexión

5 Los ensayos de flexión se llevaron a cabo siguiendo el ejemplo de la norma DIN EN ISO 14125. Para ello, se produjeron muestras con las medidas de borde de 15 mm x 100 mm a partir de las chapas orgánicas. La distancia entre los puntos de apoyo ascendió a 80 mm (véase la ilustración 2). Las pruebas se llevaron a cabo en una máquina para ensayar la resistencia a la tracción de la empresa Zwick como ensayos de flexión casi estáticos con una velocidad de comprobación de 2 mm/min. A partir de los resultados de los ensayos individuales, se forman a 10 continuación los valores medios aritméticos por material (véanse la tabla 2 y la tabla 3). Leyenda: E_f módulo de flexión, σ_{fm} resistencia a la flexión, ϵ_M alargamiento en la resistencia a la flexión, σ_{fB} tensión de flexión en la rotura, ϵ_B alargamiento de rotura.

Resultados: T65 XF (micropartículas esféricas) de acuerdo con la invención

Tabla 2

	E_f	σ_{fm}	ϵ_M	σ_{fB}	ϵ_B	Grosor a_0	Grosor b_0
N.º ensayo	MPa	MPa	%	MPa	%	mm	mm
1	22797,18	272,37	2,36	200,07	3,47	1,73	15,39
2	23491,86	272,94	2,09	189,46	3,22	1,72	15,32
3	22824,93	275,9	2,11	184,37	3,29	1,72	15,04
4	21787,97	260,89	2,25	162,51	4,03	1,77	15,37
5	22473,14	262,08	2,23	162,47	3,14	1,73	15,2
	E_f	σ_{fm}	ϵ_M	σ_{fB}	ϵ_B	Grosor a_0	Grosor b_0
Serie n=5	MPa	MPa	%	MPa	%	mm	mm

(continuación)

	Ef	σ_{fm}	ϵ_M	σ_{fB}	ϵ_B	Grosor a ₀	Grosor b ₀
N.º ensayo	MPa	MPa	%	MPa	%	mm	mm
x transversalmente	22675,02	268,84	2,21	179,78	3,43	1,734	15,26
S	618,92	6,86	0,11	16,77	0,36	0,02074	0,1454
V	2,73	2,55	4,92	9,33	10,45	1,2	0,95

Resultados: T65 XF (polvo) **no de acuerdo con la invención****Tabla 3**

	Ef	σ_{fm}	ϵ_M	σ_{fB}	ϵ_B	Grosor a ₀	Grosor b ₀
N.º ensayo	MPa	MPa	%	MPa	%	mm	mm
1	23859,66	248,9	1,45	154,65	3,28	2,12	15,66
2	24008,52	245,38	1,43	159,92	3,33	2,12	15,73
3	22627,82	242,08	1,58	145,25	4,54	2,15	15,43
4	22860,69	229,76	1,44	137,85	3,24	2,15	15,68
5	23694,66	246,07	1,45	147,61	3,24	2,11	15,74
6	23216,81	240,02	1,41	148,98	3,4	2,13	15,48
	Ef	σ_{fm}	ϵ_M	σ_{fB}	ϵ_B	Grosor a ₀	Grosor b ₀
Serie n=6	MPa	MPa	%	MPa	%	mm	mm
x transversalmente	23378,03	242,03	1,46	149,04	3,51	2,13	15,62
S	563,24	6,77	0,06	7,63	0,51	0,01673	0,1322
V	2,41	2,8	4,08	5,12	14,58	0,79	0,85

5 Caracterización de las micropartículas esféricas:

Para la caracterización de las micropartículas y corpúsculos en polvo, se crearon micrográficas aumentadas 50 veces con un microscopio del tipo Axioplan (empresa Zeiss). Mediante la evaluación visual, en primer lugar se registra la mayor extensión de los corpúsculos, y se cuantifica con ayuda de una *software* gráfico (Zeiss Axiovision) y *software* CAD (siglas en inglés para diseño asistido por ordenador) (Solidworks 2012). Ahora se buscan a lo largo del contorno de corpúsculo áreas en las cuales el contorno presente una fuerte discontinuidad o curvatura. Estas áreas se aproximan respectivamente por dos cuerdas, de manera que el punto de intersección de las dos cuerdas se encuentra a ser posible en el punto con la mayor curvatura. A continuación, se mide el ángulo interior que se forma por las dos cuerdas. En lo sucesivo, este ángulo se denomina ángulo de contorno. Si todas las áreas en las cuales está presente una fuerte discontinuidad o curvatura están aproximadas, se califica como resultado la medición del área con el menor ángulo de contorno. Ejemplos de corpúsculos medidos están representados en las ilustraciones 4 a 9. Los resultados de todas las mediciones están resumidos en la tabla 4.

Resultados de medición de partículas**Tabla 4**

	Ángulo de contorno	Menor ángulo de contorno
Micropartícula esférica #1	134,17°	134,17°
	151,43°	

(continuación)

	Ángulo de contorno	Menor ángulo de contorno
Micropartícula esférica #2	121,82°	121,27°
	121,27°	
Micropartícula esférica #3	133,60°	133,60°
	151,98°	
Micropartícula esférica #4	151,84°	147,93°
	150,75°	
	147,93°	
Micropartícula esférica #5	138,61°	126,28°
	136,19°	
	126,28°	
Partícula de polvo #1	76,31°	76,31°
Partícula de polvo #2	51,40°	51,40°
Partícula de polvo #3	81,05°	81,05°
	122,69°	
Partícula de polvo #4	92,30°	79,97°
	83,03°	
	100,07°	
	79,97°	
Partícula de polvo #5	82,67°	59,09°
	59,09°	

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir productos preimpregnados de micropartículas que contienen al menos las siguientes etapas:

- 5 - aplicar micropartículas sobre un tejido, malla textil, material no tejido de fibras o similar,
 - fundir por aporte de calor,

caracterizado porque se usan micropartículas termoplásticas, de las cuales al menos el 80 % presentan un ángulo de contorno de > 90°, determinándose el ángulo de contorno por que en primer lugar se registra y se cuantifica la máxima extensión de las micropartículas, después a lo largo del contorno de corpúsculo se buscan áreas en las cuales el contorno presente una fuerte discontinuidad o curvatura, se aproximan estas áreas respectivamente por dos cuerdas, de manera que el punto de intersección de las dos cuerdas se encuentra a ser posible en el punto con la mayor curvatura, y a continuación se mide el ángulo interior que se forma por las dos cuerdas, siendo este ángulo interior el ángulo de contorno, y teniendo al menos el 80 % de las partículas un diámetro máximo menor o igual a 2000 µm y teniendo al menos el 80 % de las partículas un diámetro máximo mayor o igual a 400 µm.

10

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** al menos el 90 % de las partículas presentan un ángulo de contorno de > 90°.

15

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** al menos el 95 % de las partículas presentan un ángulo de contorno de > 90°.

4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el ángulo de contorno presenta > 105°.

20

5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el ángulo de contorno presenta > 120°.

6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** al menos el 80 % de las partículas tiene un diámetro máximo menor o igual a 1700 µm.

25

7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** al menos el 80 % de las partículas tiene un diámetro máximo menor o igual a 1300 µm.

8. Procedimiento para producir un material compuesto termoplástico provisto de fibras de refuerzo, **caracterizado porque** se efectúan las siguientes etapas:

- 30 ■ producción de las micropartículas termoplásticas, presentando al menos el 80 % de las partículas un ángulo de contorno de > 90° y teniendo al menos el 80 % de las partículas un diámetro máximo menor o igual a 2000 µm y teniendo al menos el 80 % de las partículas un diámetro máximo mayor o igual a 400 µm,

- 35 ■ producción del producto preimpregnado de micropartículas de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7
 prensado del producto preimpregnado de micropartículas para formar un material compuesto, determinándose el ángulo de contorno de las micropartículas porque en primer lugar se registra y se cuantifica la mayor extensión de las micropartículas, después a lo largo del contorno de corpúsculo se buscan áreas en las cuales el contorno presente una fuerte discontinuidad o curvatura, se aproximan estas áreas respectivamente por dos cuerdas, de manera que el punto de intersección de las dos cuerdas se encuentra a ser posible en el punto con la mayor curvatura, y a continuación se mide el ángulo interior que se forma por las dos cuerdas, siendo este ángulo interior el ángulo de contorno.

40

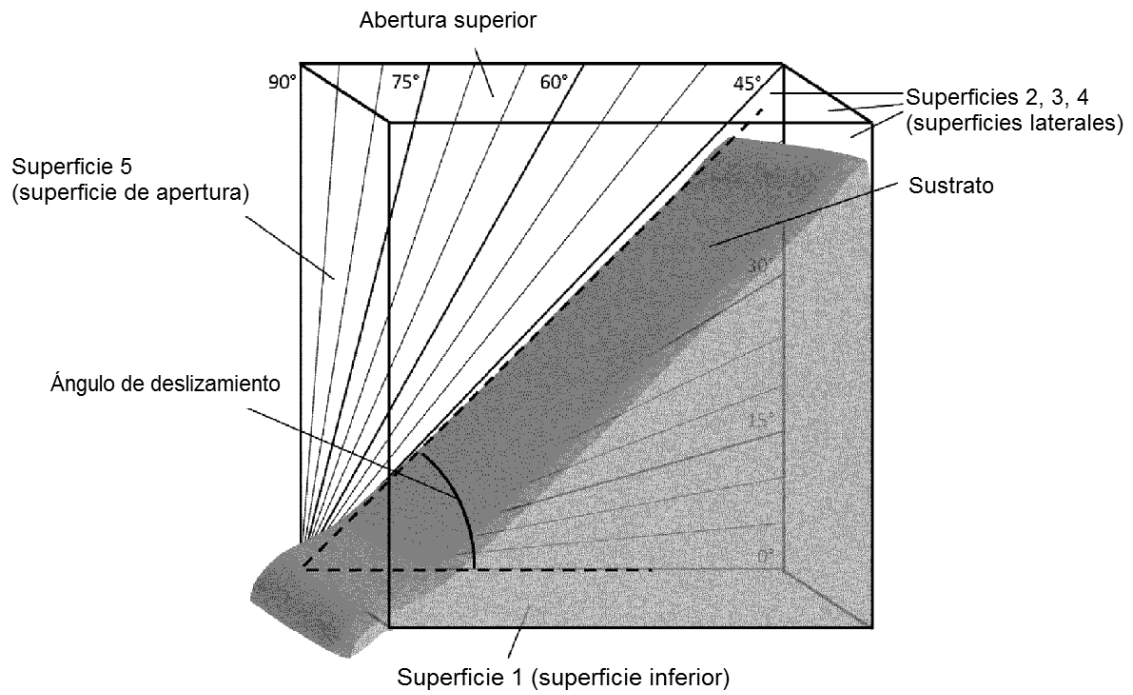
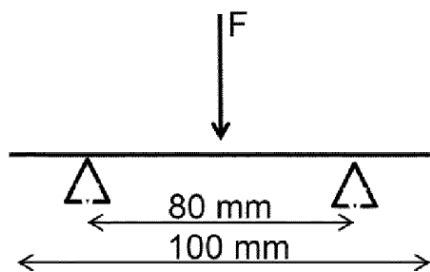
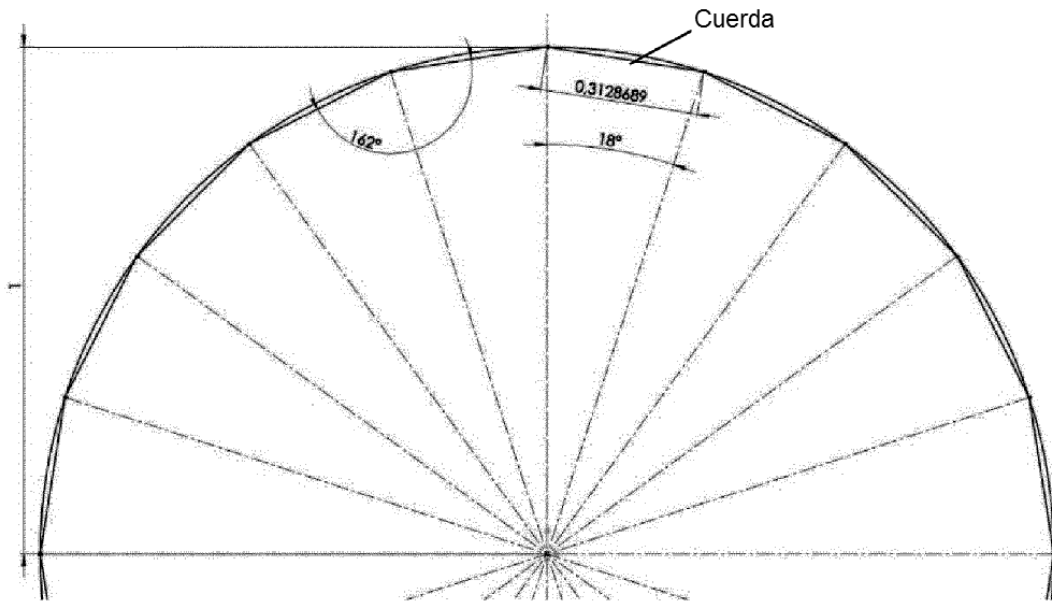


Ilustración 1



- **Ilustración 2**



- Ilustración 3

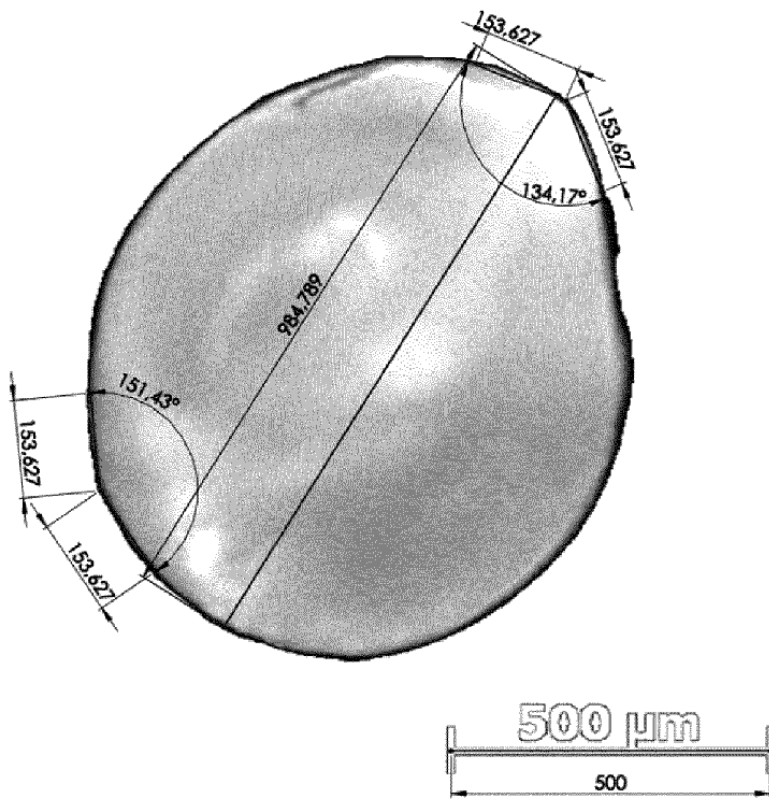


Ilustración 4

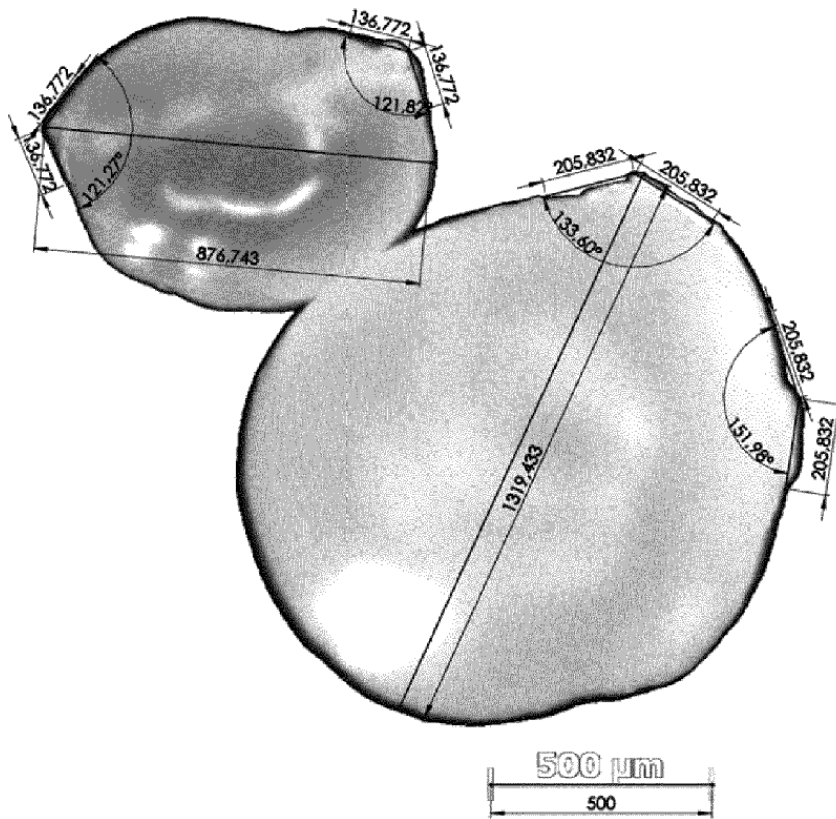


Ilustración 5

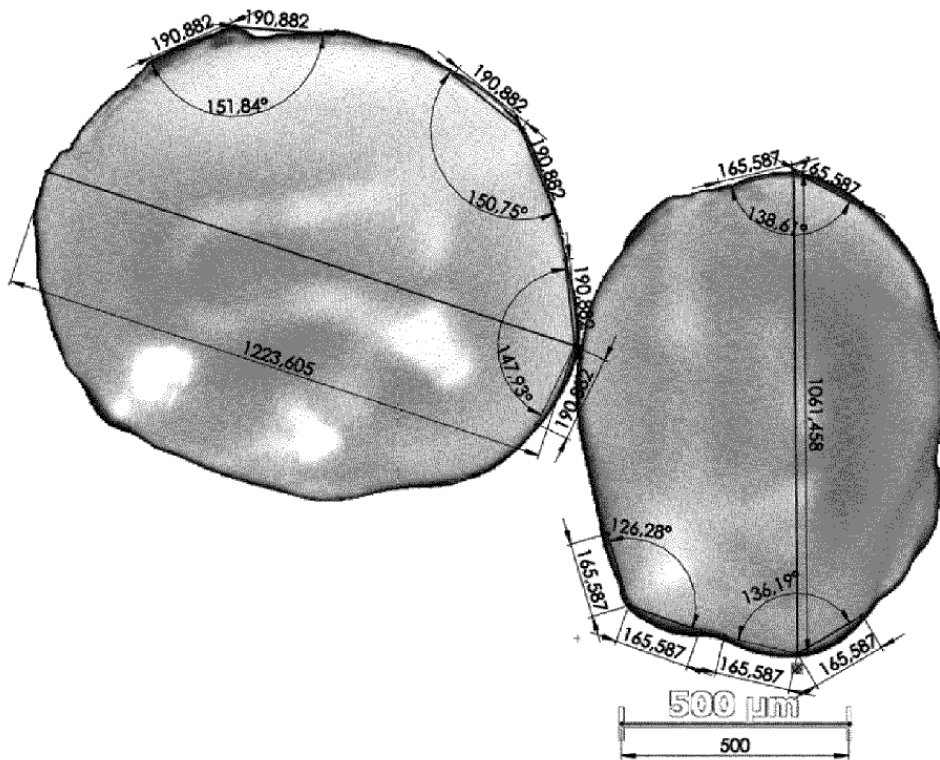


Ilustración 6

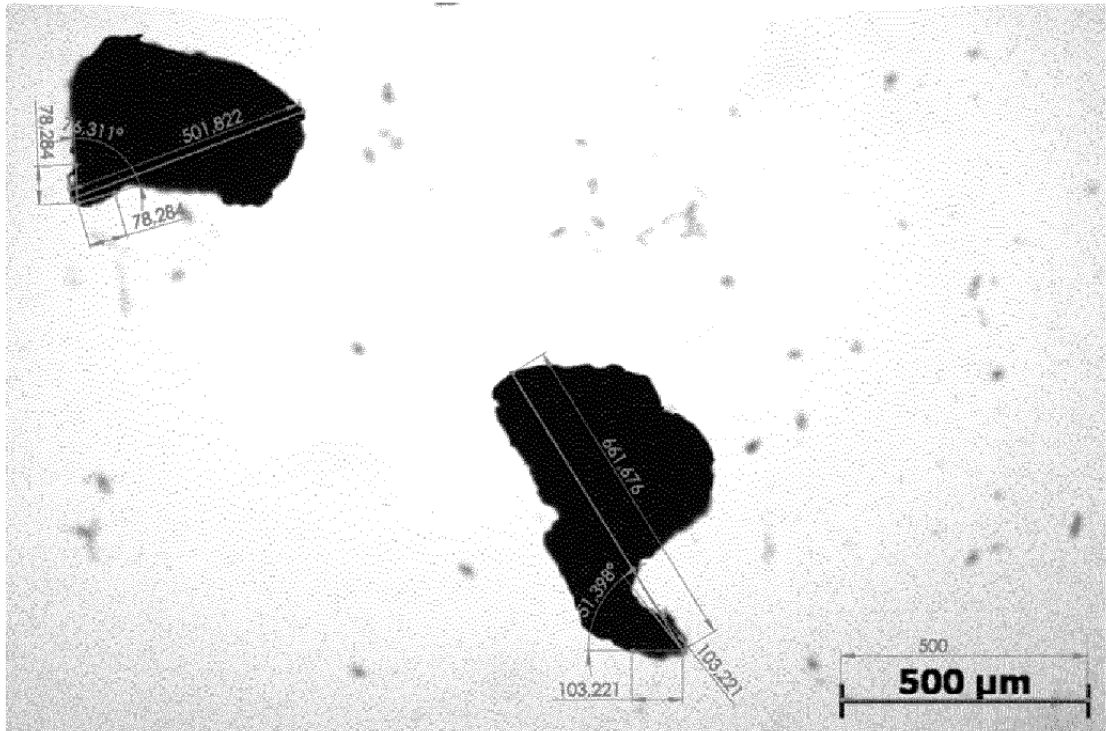


Ilustración 7

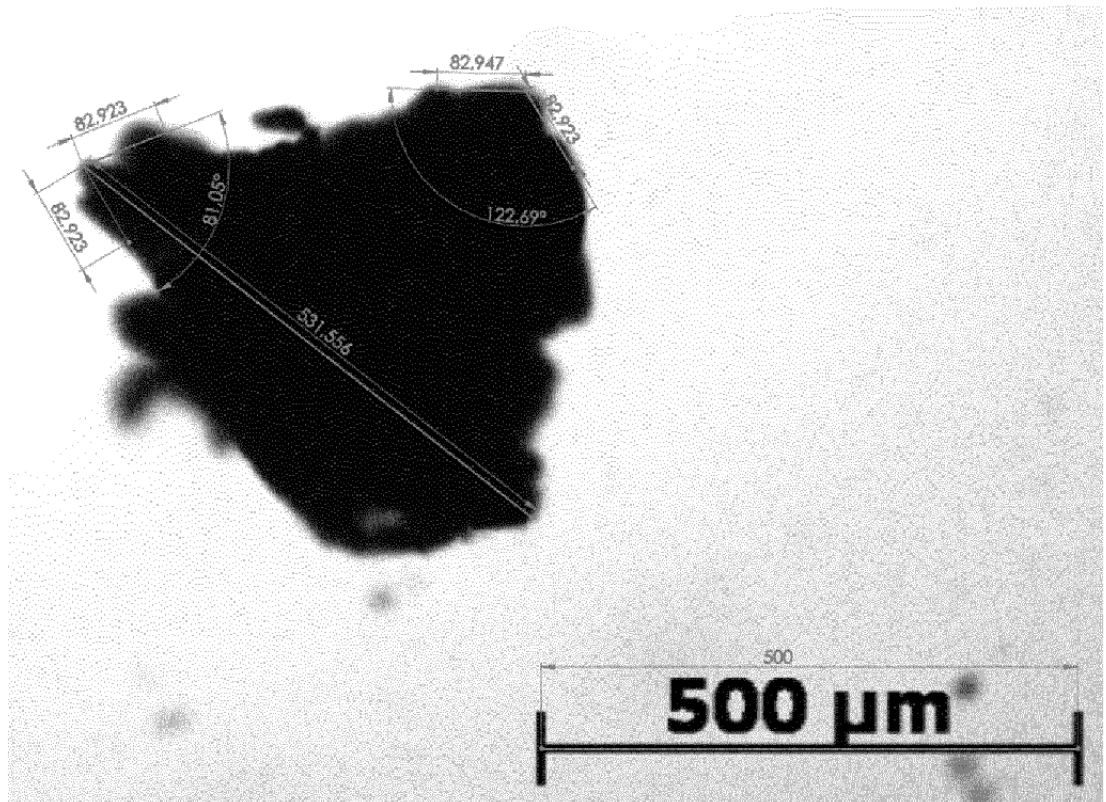


Ilustración 8

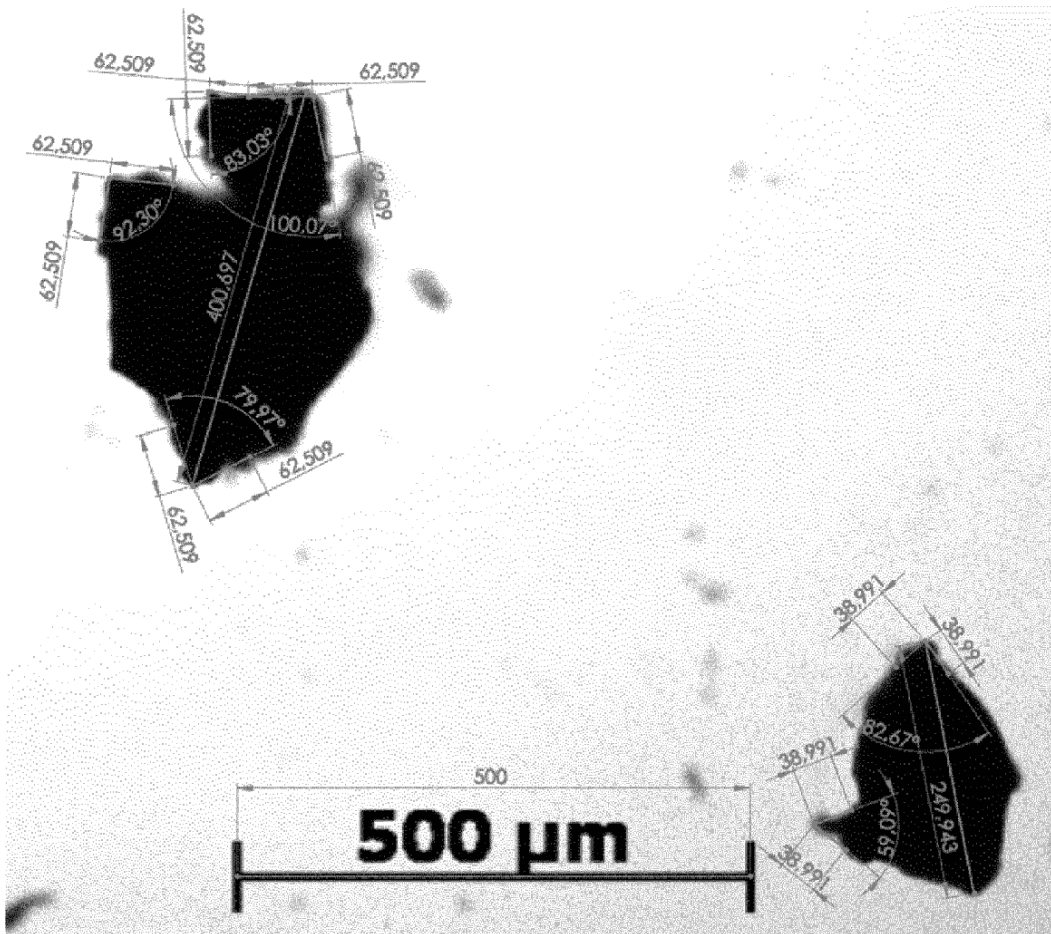


Ilustración 9

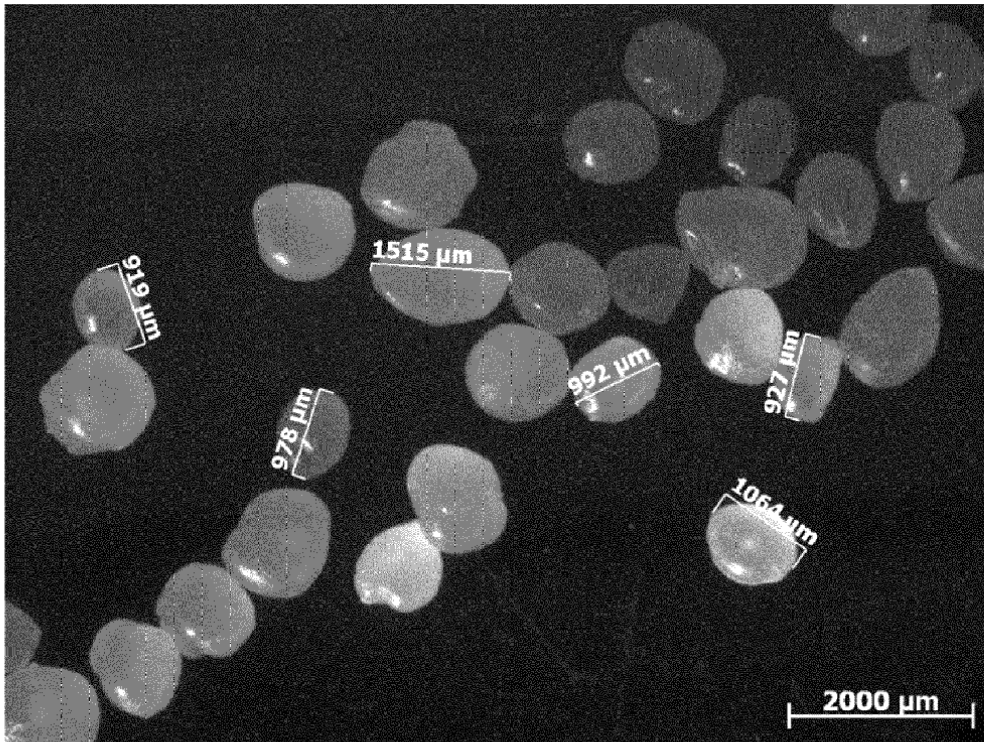


Ilustración 10

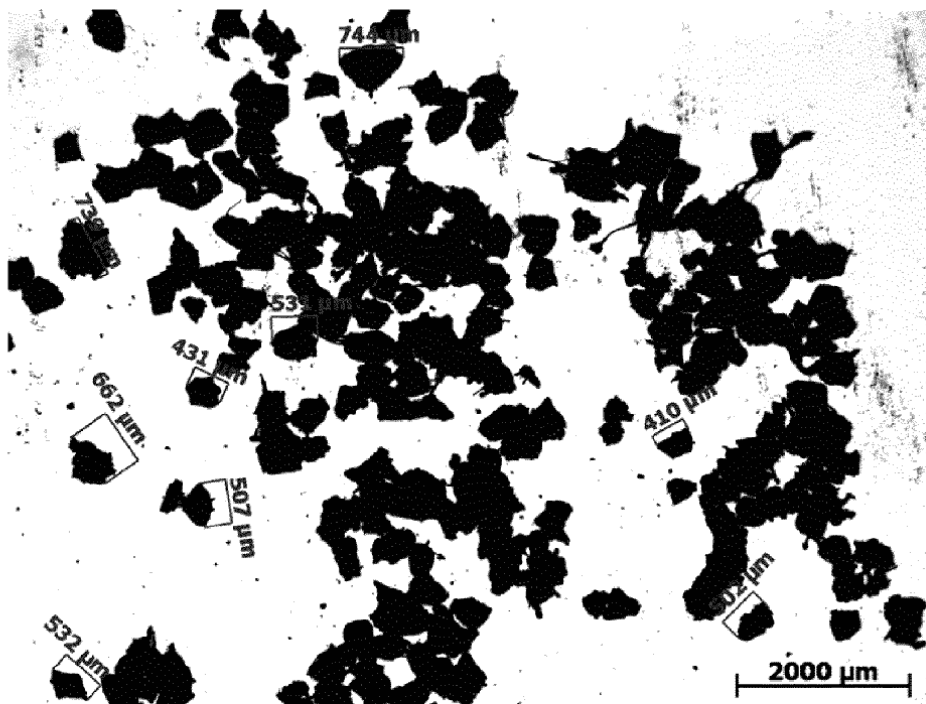


Ilustración 11