(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 747 733**

(51) Int. Cl.:

C08G 69/26 (2006.01)
C08L 77/06 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.05.2015** **PCT/US2015/030767**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **19.11.2015** **WO15175775**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.05.2015** **E 15728243 (5)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.08.2019** **EP 3143070**

(54) Título: **Poliamida amorfa de alto rendimiento**

(30) Prioridad:

14.05.2014 US 201461993094 P
07.08.2014 US 201462034417 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
11.03.2020

(73) Titular/es:

SHAKESPEARE COMPANY, LLC (100.0%)
2381 Executive Center Drive
Boca Raton, Florida 30328, US

(72) Inventor/es:

BENSTEAD, MICHAEL y
LANGRICK, CHARLES RICHARD

(74) Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 747 733 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

Poliamida amorfa de alto rendimiento

Campo de la invención

La descripción de la presente memoria se refiere a formulaciones mejoradas de poliamidas semiaromáticas amorfas basadas en 2-metil-1,5-pentametilendiamina ("MPMD") que tienen propiedades mecánicas mejoradas. La descripción se refiere adicionalmente a un método mejorado para producir poliamidas semiaromáticas amorfas a base de 2-metil-1,5-pentametilendiamina ("MPMD") para mejorar sus propiedades mecánicas. También se describen polímeros combinados en estado fundido de poliamidas semiaromáticas y un método mejorado para producir la combinación, que comprende una poliamida basada en diamina/ácido dicarboxílico que incluye MPMD y un diácido aromático, ácido tereftálico ("T") o ácido isoftálico ("I"), combinado con una poliamida alifática tal como una o ambas de polihexametilenadipamida (N66 o PA66) o policaproamida (N6 o PA6). Estas descripciones se refieren adicionalmente a artículos o partes preparadas a partir del polímero combinado con nailon, los artículos parcialmente cristalinos tienen un rendimiento mecánico mejorado.

Antecedentes de la invención

El documento US4111921 se refiere a una composición de poliamida, útil en la preparación de láminas transparentes. El documento US4163101 se refiere a un procedimiento para preparar una poli(alquilpentametilentereftalamida). El documento US5266655 se refiere a combinaciones de polímeros monofásicos y amorfos adaptados para la producción de artículos con forma elástica. El documento US5109106 se refiere a un procedimiento en el que se preparan copoliamidas semiaromáticas amorfas o semicristalinas, con una pérdida significativamente reducida de reaccionante amínico.
Es un aspecto bien conocido de la ciencia de los polímeros que los polímeros de mayor peso molecular tienden a tener mejores resistencias al impacto que sus contrapartes de menor peso molecular. Esto puede tener un impacto significativo en la aplicación de uso final de un polímero. Se sabe que los polímeros que contienen MPMD adolecen de dificultades para aumentar el peso molecular en un grado significativo debido a la ciclación de las MPMD y su posterior volatilización durante el procedimiento de evaporación inicial del ciclo de polimerización y el recubrimiento final del polímero por la especie ciclada (3-metilpiperidina), como se describe en la Publicación de la Solicitud de Patente de Estados Unidos Núm. 2012/0165466 A1. Se han realizado varios esfuerzos para intentar superar este problema. Sin embargo, estos esfuerzos no parecen suficientes para superar este problema en un grado significativo.

Además, se han descrito muy pocas poliamidas amorfas basadas en MPMD para su uso como artículos moldeados. Debido a la demanda siempre presente de nuevos materiales con propiedades diferenciadas, los copolímeros basados en MPMD proporcionan una forma de satisfacer esta demanda.

Algunas referencias detallan un número significativo de poliamidas amorfas basadas en hexametilendiamina ("HMD") que generalmente tienen un mayor contenido de ácido isoftálico y una menor cantidad de ácido tereftálico. La capacidad de las MPMD para interrumpir la cristalización del polímero permite que se produzca una gama más amplia de formulaciones (cantidades variables de contenido de ácido tereftálico e isoftálico) mientras se conserva la naturaleza amorfa del polímero. Esto, a su vez, afectará las propiedades térmicas y mecánicas de los polímeros, lo que les permitirá diferenciarse de lo que ya está disponible y descrito anteriormente en la técnica. Por lo tanto, sigue existiendo la necesidad en la técnica de poliamida amorfa para composiciones de poliamida amorfa basadas en MPMD mejoradas con propiedades diferenciadas.

El rendimiento mecánico mejorado se aplica en muchas aplicaciones de uso final del polímero y, en particular, en el uso final de moldeo por inyección para el polímero. Los polímeros empleados en el moldeo por inyección, tales como poliamidas, copoliamidas y su formulación combinada, no son una excepción a este hecho de mejora del rendimiento mecánico, como aprecia el experto en la técnica.

Además, se sabe que la combinación de nailones con poliamidas semiaromáticas amorfas (p. ej., una copoliamida semiaromática de polihexametilenisoftalamida y polihexametilentereftalamida denominada "6I/6T") puede mejorar su retención de rigidez a temperaturas superiores a la temperatura de transición vítrea de la poliamida y hasta 100°C. Sin embargo, debido a la naturaleza amorfa del componente de combinación, una vez por encima de 100°C, la rigidez se reduce a un nivel inferior al del nailon no combinado a la misma temperatura.

Se sabe que el rendimiento mecánico del nailon (poliamida 6 y poliamida 66) disminuye significativamente por encima de sus temperaturas de transición vítrea (T_g). La compensación de esta disminución puede remediarse mezclando nailon con una poliamida amorfa parcialmente aromática, como se describe en la Patente de Estados Unidos Núm. 5.266.655. Como resultado, el rendimiento mecánico se retiene a una temperatura más alta por encima de la T_g.

De manera similar, las poliamidas resistentes a altas temperaturas de copoliamidas semi-aromáticas y semicristalinas que también contienen ácido tereftálico son conocidas de la Patente Europea Núm. 2.510.056B1. Sin embargo, todavía hay margen de mejora en este campo.

Compendio de la invención

Un aspecto de la invención se dirige a una composición que comprende una copoliamida que contiene de 60 a 70% en moles de unidades de 2-metil-1,5-pentametilentereftalamida ("MPMD-T") y de 30 a 40% en moles de unidades de 2-metil-1,5-pentametilenisoftalamida ("MPMD-I"), en donde la copoliamida tiene una viscosidad relativa ("RV"), según se determina según el método ISO 307 (RV), de al menos 1,90.
Otro aspecto de la invención es una mezcla de poliamida que comprende una poliamida alifática y una poliamida semiaromática, en donde la poliamida semiaromática contiene de 60 a 70% en moles de unidades de 2-metil-1,5-pentametilentereftalamida ("MPMD-T") y de 30 a 40% en moles de unidades de 2-metil-1,5-pentametilenisoftalamida ("MPMD-I").

Otro aspecto de la invención se refiere a un artículo moldeado producido a partir de la copoliamida como se define en las reivindicaciones.

Otro aspecto de la invención se refiere a un método para preparar una copoliamida como se define en las reivindicaciones que comprende MPMD con una mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico en presencia de un catalizador.

Otro aspecto de la invención se refiere a un método para preparar un artículo acondicionado que comprende:

i) proporcionar una copoliamida que contiene de 60 al 70% en moles de unidades de MPMD-T y de 30 al 40% en moles de unidades de MPMD-I;
ii) producir un artículo a partir de la copoliamida de i);
iii) acondicionar el artículo de ii); y
iv) recuperar el artículo acondicionado de iii).

Breve descripción de las figuras

Para aclarar adicionalmente otras ventajas y características de los aspectos anteriores de esta descripción, las figuras adjuntas se proporcionan como realizaciones ilustrativas asociadas con los ejemplos no limitantes que siguen.

La Figura 1 representa el esfuerzo de flexión (MPa) con datos de deformación de 3,5% para artículos acondicionados en ambiente húmedo (ISO 1110), y preparados de acuerdo con los Ejemplos de esta descripción.
La Figura 2 representa datos del módulo de flexión (GPa) para artículos acondicionados en ambiente húmedo (ISO 1110), y preparados de acuerdo con los Ejemplos de esta descripción.
La Figura 3 representa datos del módulo de tracción (GPa) para artículos acondicionados en ambiente húmedo (ISO 1110), y preparados de acuerdo con los Ejemplos de esta descripción.
La Figura 4 representa datos del módulo de flexión (GPa) para artículos preparados de acuerdo con los Ejemplos de esta descripción, y a temperaturas crecientes.
La Figura 5 representa datos del módulo de tracción (GPa) para artículos preparados de acuerdo con los ejemplos de esta descripción, y a temperaturas crecientes.
La Figura 6 representa la resistencia a la flexión (MPa) con datos de deformación de 3,5% para artículos acondicionados en ambiente húmedo (ISO 1110), y preparados de acuerdo con los Ejemplos de esta descripción.
La Figura 7 representa datos del módulo de flexión (GPa) para artículos acondicionados en ambiente húmedo (ISO 1110), y preparados de acuerdo con los Ejemplos de esta descripción.
La Figura 8 representa datos del módulo de tracción (GPa) para artículos acondicionados en ambiente húmedo (ISO 1110), y preparados de acuerdo con los Ejemplos de esta descripción.
La Figura 9 representa datos de estabilidad dimensional para artículos preparados de acuerdo con los Ejemplos de esta descripción, y en ambiente húmedo (ISO 1110).
La Figura 10 representa datos de resistencia a la tracción y a la flexión (MPa) para artículos preparados de acuerdo con los Ejemplos de esta descripción, y a temperaturas ambiente y moderadamente elevadas.
La Figura 11 representa datos del módulo de tracción y flexión (GPa) para artículos preparados de acuerdo con los Ejemplos de esta descripción, y a temperatura moderadamente elevada.

Descripción detallada de la invención

Las realizaciones de la invención descritas y reivindicadas en la presente memoria no están limitadas en su alcance por las realizaciones específicas descritas en la presente memoria, ya que se pretende que estas realizaciones sean

una ilustración de varios aspectos de la descripción. Se pretende que cualquier realización equivalente esté dentro del alcance de esta descripción. De hecho, diversas modificaciones de las realizaciones además de las mostradas y descritas en la presente memoria resultarán evidentes para los expertos en la técnica a partir de la descripción anterior. También se pretende que tales modificaciones entren dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

La invención se ha descrito de manera amplia y genérica en la presente memoria. Cada una de las especies y agrupaciones subgenéricas más estrechas que caen dentro de la descripción genérica también forman parte de la invención. Esto incluye la descripción genérica de la invención con una condición o limitación negativa que elimina cualquier tema del género, independientemente de si el material suprimido se menciona específicamente en la presente memoria o no. Además, cuando las características o aspectos de la invención se describen en términos de grupos de Markush, los expertos en la técnica reconocerán que la invención también se describe en términos de cualquier miembro individual o subgrupo de miembros del grupo Markush.

Como se emplea en la presente memoria y en las reivindicaciones adjuntas, las formas singulares "un", "uno", “una”, “el” y "la" incluyen la referencia plural a menos que el contexto indique claramente lo contrario. Así, por ejemplo, una referencia a "un reactor" incluye una pluralidad de reactores, tal como en una serie de reactores. En la presente memoria, el término "o" se utiliza para referirse a un término o no exclusivo, de manera que "A o B" incluye "A pero no B", "B pero no A" y "A y B", a menos que se indique lo contrario.

Los valores expresados en un formato de intervalo se deben interpretar de manera flexible para incluir no solo los valores numéricos expresados explícitamente como los límites del intervalo, sino también para incluir todos los valores numéricos individuales o sub-intervalos incluidos dentro de ese intervalo como si cada valor numérico y el subintervalo se enumeraran explícitamente. Por ejemplo, se debe interpretar que un intervalo de "aproximadamente 0,1% a aproximadamente 5%" o "de aproximadamente 0,1% a 5%" incluye no solo de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 5%, sino también los valores individuales (p. ej., 1%, 2%, 3% y 4%) y los subintervalos (p. ej., de 0,1% a 0,5%, de 1,1% a 2,2%, de 3,3% a 4,4%) dentro del intervalo indicado. La expresión "de aproximadamente X a Y" tiene el mismo significado que "de aproximadamente X a aproximadamente Y", a menos que se indique lo contrario. Del mismo modo, la expresión "aproximadamente X, Y o aproximadamente Z" tiene el mismo significado que "aproximadamente X, aproximadamente Y o aproximadamente Z", a menos que se indique lo contrario.

En los métodos descritos en la presente memoria, las etapas se pueden llevar a cabo en cualquier orden sin apartarse de los principios de la invención, excepto cuando se enumera explícitamente una secuencia temporal u operativa. Además, las etapas especificadas se pueden llevar a cabo simultáneamente, a menos que el lenguaje de reivindicación explícito indique que se llevarán a cabo por separado. Por ejemplo, se pueden llevar a cabo simultáneamente una etapa reivindicada por realizar X y una etapa reivindicada por realizar Y dentro de una sola operación, y el procedimiento resultante se encontrará dentro del alcance literal del procedimiento reivindicado.

El término "aproximadamente", como se emplea en la presente memoria, puede permitir un grado de variabilidad en un valor o intervalo, por ejemplo, dentro de 10%, dentro de 5% o dentro de 1% de un valor establecido o de un límite establecido de un intervalo.

El término "disolvente", como se emplea en la presente memoria, significa un medio líquido que un experto en la técnica generalmente considera que tiene el potencial de solubilizar sustancias orgánicas y/o inorgánicas sencillas.

El término "combinación de poliamida con MPMD-T/MPMD-I" como se emplea en la presente memoria se refiere a una mezcla de poliamida que comprende una mezcla de MPMD-T/MPMD-I de la presente descripción. La mezcla de MPMD-T/MPMD-I también se puede denominar mezcla DT/DI en el contexto de esta descripción.

Se entiende que se desea que las descripciones en la presente memoria sean ilustrativas y no restrictivas. Muchas otras realizaciones serán evidentes para los expertos en la técnica al revisar la descripción anterior. El alcance de la invención, por lo tanto, se debe determinar con referencia a las reivindicaciones adjuntas, junto con el alcance completo de los equivalentes a los que facultan tales reivindicaciones. En las reivindicaciones adjuntas, los términos "que incluye" y "en el que" se utilizan como los equivalentes en inglés básico de los términos respectivos "que comprende" y "en donde", respectivamente. Además, los términos "primero", "segundo", "tercero" y similares se utilizan simplemente como etiquetas y no se pretende que impongan requisitos numéricos a sus objetos.

Un aspecto de la presente descripción se refiere a una composición que comprende una copoliamida que contiene 60 a 70% en moles de unidades de MPMD-T y de 30 a 40% en moles de unidades de MPMD-I, en donde la copoliamida tiene una VR de al menos 1,90. El término "VR" es la viscosidad relativa determinada según el método ISO 307 (VR).

Como se muestra en la **Tabla 1,** en algunas realizaciones, la copoliamida tiene una VR de al menos 1,95 o 2,00. En **Tabla 1,** AEG son los Grupos Terminales de Amina y T_g es la temperatura de Transición Vítrea para la copoliamida probada. Los AEG y T_g se determinan de acuerdo con los métodos industriales disponibles en ciencia de polímeros.

Tabla 1: Análisis de diversas formulaciones de MPMD-T/MPMD-I

MPMD-T/MPMD-I Mol:mol	VR	AEG	T_g (°C)
*80 : 20	1,94	34	147
70 : 30	1,90	36	145
60 : 40	2,04	46	145
*0 : 100	1,76	52	136
*solo como referencia			

La copoliamida contiene de 60 a 70% en moles de unidades de MPMD-T y de 30 a 40% en moles de unidades de MPMD-I.

Como se muestra en **Tabla 2**, los incrementos graduales del contenido de ácido isoftálico tienen efectos favorables inesperados sobre las propiedades mecánicas del polímero. Las poliamidas amorfas basadas en MPMD detalladas en la presente memoria tienen mejoras tanto en la resistencia a la tracción como en la resistencia al impacto Izod.

Tabla 2: Prueba Mecánica

Propiedades	Unidades	Temperatura, (°C)	Método	MPMD-T/MPMD-I 80:20 (Polímero del Ejemplo de Referencia 1)	MPMD-T/MPMD-I 70:30 (Polímero del Ejemplo 2)	MPMD-T/MPMD-I 60:40 (Polímero del Ejemplo 3)	MPMD-T/MPMD-I 0:100 (Polímero del Ejemplo de Referencia 4)
Temperatura de transición vítrea (T_g)	°C	-	DSC	147	145	145	136
Temperatura de deflexión térmica (HDT, @ 1,8 MPa)	°C	-	ISO 75	122	121	122	117
Módulo de tracción	GPa	23	ISO 527 (1 mm/min)	3,07	3,15	3,12	3,55
Resistencia a la tracción	MPa	23	ISO 527 (50 mm/min)	49	82 ± 11	102 (2 muestras que experimentaron fluencia), 90 (3 muestras que no experimentaron fluencia)	91 ± 13
Esfuerzo de tracción al límite elástico @	%	23	ISO 527 (50 mm/min)	-	-	6,7 (para dos muestras que experimentaron fluencia)	-
Elongación por tracción (@ rotura)	%	23	ISO 527 (50 mm/min)	2	3	8 ± 6	3
Módulo de flexión	GPa	23	ISO 178 (2 mm/min)	3,1	3,14	3,15	3,54
Resistencia a la flexión	MPa	23	ISO 178 (2 mm/min)	137	140	140	159
Resistencia	kJ/m^2	23	ISO 180	8,25	9,06 ± 3	10,70	4,16 ± 3

Propiedades	Unidades	Temperatura, (°C)	Método	MPMD-T/MPMD-I 80:20 (Polímero del Ejemplo de Referencia 1)	MPMD-T/MPMD-I 70:30 (Polímero del Ejemplo 2)	MPMD-T/MPMD-I 60:40 (Polímero del Ejemplo 3)	MPMD-T/MPMD-I 0:100 (Polímero del Ejemplo de Referencia 4)
al impacto Izod (con muesca)							
Resistencia al impacto Izod (sin muesca)	kJ/m^2	23	ISO 180	29 ± 13	42 ± 19	142 ± 85	59
Absorción de agua, 24 h (@ 23°C, inmersión total)	%	23	ISO 62	0,98	0,83	0,84	0,68

Todos los datos tomados en condiciones secas después de desmoldear (DAM)

En **Tabla 2**, una poliamida amorfa basada en MPMD con una razón de ácido tereftálico a ácido isoftálico de 80:20 (molar) y VR de 1.94 mostró una resistencia a la tracción de 49 Megapascales (MPa) y una resistencia al impacto Izod con muesca de 8,25 kiloJulios/m2 (kJ/m^2) y 29 kJ/m^2 (sin muesca). Una poliamida amorfa basada en MPMD con una razón de ácido tereftálico a ácido isoftálico de 70:30 (molar) y VR de 1,90 mostró una resistencia a la tracción de 82 MPa y una resistencia al impacto Izod de 9,06 kJ/m^2 (con muesca) y 42 kJ/m^2 (sin muesca). Una poliamida amorfa basada en MPMD con una razón de ácido tereftálico a ácido isoftálico de 60:40 (molar) y VR de 2.04 mostró una resistencia a la tracción de 102 MPa y una resistencia al impacto Izod de 10,70 kJ/m^2 (con muesca) y 142 kJ/m^2 (sin muesca).

En algunas realizaciones, la copoliamida tiene una VR más de 1,95. En una realización adicional, la copoliamida tiene una VR más de 2,00.

En algunas realizaciones, la resistencia a la tracción de la copoliamida es más de 80 MPa. En una realización adicional, la resistencia a la tracción de la copoliamida es más de 100 MPa.

En una realización, la resistencia al impacto Izod con muesca de la copoliamida es más de 5 kJ/m^2. En otra realización, la resistencia al impacto Izod con muesca de la copoliamida es más de 7 kJ/m^2.

En algunas realizaciones, la resistencia al impacto Izod sin muesca de la copoliamida es más de 30 kJ/m^2. En otras realizaciones, la resistencia al impacto Izod sin muesca de la copoliamida es más de 60 kJ/m^2.

En algunas realizaciones, los artículos moldeados preparados a partir de las copoliamidas, según la invención, pueden acondicionarse según el método ISO 1110.

Como se muestra en **Tabla 3**, la copoliamida de la invención exhibe un módulo de tracción y resistencia a la tracción mejorados después del acondicionamiento de acuerdo con el método ISO 1110. La copoliamida acondicionada también exhibe un módulo de flexión y resistencia a la flexión mejorados con respecto a la copoliamida no acondicionada.

Tabla 3: Datos Mecánicos de Muestras Acondicionadas frente a Muestras en Condiciones Secas después de Desmoldear

Propiedad	Unidades	Temp. (°C)	Método	60:40 MPMD-T/ MPMD-I		60:40 MPMD-T/ MPMD-I	
RV	-	25	-	1,92		2,17	
				DAM	Acond	DAM	Acond
Temperatura de transición vítrea (T_g)	°C	-	DSC	145		145	
HDT (1.8 MPa)	°C	-	ISO 75	122	-	122	-
Módulo de tracción	GPa	23	ISO 527	3,09	3,51	3,00	3,49
Resistencia a la tracción	MPa	23	ISO 527	76	99	102	111
Esfuerzo de tracción al límite elástico @	%	23	ISO 527	-	-	7,5	6,25
Elongación por tracción (@ rotura)	%	23	ISO 527	4	5,2	8,3	7,4
Módulo de flexión	GPa	23	ISO 178	2,88	3,29	2,86	3,19
Resistencia a la flexión	MPa	23	ISO 178	130	145	128	143
Resistencia al impacto Izod (con muesca)	kJ/m^2	23	ISO 180	8,7	4,2	6,7	4,3
Resistencia al impacto Izod (sin muesca)	kJ/m^2	23	ISO 180	NB	69 ± 52	NB	114 ± 63
Resistencia al impacto Charpy (con muesca)	kJ/m^2	23	ISO 179	5,4	4,5	5,5	4,8
Resistencia al impacto Charpy (sin muesca)	kJ/m^2	23	ISO 179	NB	No probado**	NB	No probado**
Absorción de agua, 24 h (@ 23°C, inmersión total)	%	23	ISO 62	0,94	-	0,97	-
Absorción de agua en equilibrio (70°C, 62% HR)	%	23	ISO 1110	-	3,9	-	3,9
Densidad	g/cm^3	23	ISO 1183	-	-	1,18	1,19
Transmisión, visible	%	23	ASTM D1003	-	-	90,7	-
Turbidez	%	23	ASTM D1003	-	-	4,6	-
Color L * a * b	-	23	ISO 7724-1	-	-	92,41 - 0,01 - 2,06	-
Desviaciones típicas incluidas donde son estadísticamente significativas Acond = acondicionado utilizando ISO 1110 (70°C, HR 62%) DAM = Condiciones secas después de desmoldear; ** No probado por falta de material							

En algunas realizaciones, la copoliamida tiene un módulo de tracción de más de 3,0 Giga Pascales (GPa). En una realización adicional, la copoliamida tiene un módulo de tracción de más de 3,1, 3,2, 3,3 o 3,4 GPa.

En algunas realizaciones, la copoliamida tiene un módulo de flexión de más de 3,00 GPa. En una realización adicional, la copoliamida tiene un módulo de flexión de más de 3,10, 3,20, 3,30 o 3,40 GPa.

En algunas realizaciones, la copoliamida tiene una resistencia a la flexión de más de 130 MPa. En una realización adicional, la copoliamida tiene una resistencia a la flexión de más de 135 o 140 MPa.

Otro aspecto de la invención se refiere a un artículo de moldeo producido a partir de la copoliamida como se define en las reivindicaciones.

Convencionalmente, las resinas transparentes se utilizan como materiales para productos moldeados que requieren tener la transparencia habitual, tales como piezas de automóviles, equipos de iluminación y piezas eléctricas. En los últimos años, en particular, se ha ampliado la gama de aplicaciones de las resinas como materiales ópticos necesarios para tener excelentes propiedades ópticas. En particular, una resina de poliamida amorfa derivada de una estructura con monómeros polimerizados tiene baja birrefringencia y alta transparencia, y por lo tanto la resina se utiliza como resina transparente para materiales ópticos.

Sin embargo, la resina de poliamida amorfa tiene baja rigidez. Por lo tanto, se han realizado intentos para mejorar la rigidez del producto moldeado de resina de poliamida amorfa mediante la adición de un material de refuerzo de fibra tal como una fibra de vidrio, una carga inorgánica o un componente de caucho. Una desventaja es que dichos refuerzos pueden ser perjudiciales para las propiedades ópticas de tales resinas.

Debido a que la copoliamida de la invención exhibe rigidez mejorada (*p. ej., véase* la **Tabla** 3), se puede aplicar como materiales ópticos además de piezas para automoción, equipos de iluminación y piezas eléctricas.

En algunas realizaciones, la copoliamida de la invención se puede aplicar a la tecnología de gestión/filtración de recursos hídricos, p. ej., cubetas de filtro para sistemas neumáticos o de tratamiento de aguas, cubetas de filtro de combustible, carcasas de bombas, dispositivos de medición y vidrios de inspección. También se puede aplicar a la construcción de máquinas y aparatos, p. ej., medidores de flujo, indicadores de nivel de líquido, bloques de válvulas y bloques de control comunes para equipos de dispensación y medición, y rieles de guía. Además, se puede utilizar en aplicaciones eléctricas/electrónicas, p. ej., teclas y botones, y carcasas para interruptores, relés y contadores.

"Trogamid® T5000" es una poliamida semiaromática/alifática, un producto de Evonik Industries.

Como se muestra en **Tabla 4**, la copoliamida de la invención exhibe una mayor resistencia a disolventes/agentes químicos.

Tabla 4: Prueba de Resistencia a Disolventes (colocación de gránulos de polímero en disolventes a temperatura ambiente)

	Trogamid® T5000	**MPMD-T: MPMD-I 100:0 (referencia)**	**MPMD-T:MPMD-I 60:40**	**MPMD-T: MPMD-I 0:100 (referencia)**
Metanol 5 horas	Sin cristalización: ablandamiento significativo (retención del núcleo interno duro en los gránulos)	Cristalización muy leve: la muestra permaneció dura	Cristalización leve: la muestra permaneció dura	Cristalización leve - ablandamiento significativo
Metanol 16 hrs	Sin cristalización: ablandamiento significativo (gránulos completamente blandos)	Cristalización muy leve: la muestra permaneció dura	Cristalización leve: permaneció dura pero se rompió fácilmente en la mano	Ablandamiento y coagulación significativos.
Metanol 40 horas	Los gránulos se unieron en un solo grumo similar a gel (disolviéndose gradualmente)	Cristalización muy leve: la muestra permaneció dura	Cristalización leve: permaneció dura pero se rompió fácilmente en la mano	Muestra completamente coagulada (tapón tipo gel)
Etanol 5 horas	Sin cristalización: ablandamiento y coagulación significativos	Cristalización muy leve: la muestra permaneció dura	Sin cristalización: la muestra permaneció dura/dura	Cristalización leve: ablandamiento y coagulación leves
Etanol 16 hrs	Sin cristalización: ablandamiento y coagulación significativos	Cristalización muy leve: la muestra permaneció dura	Sin cristalización: la muestra permaneció dura/dura	Cristalización leve: ablandamiento y coagulación pronunciados

En algunas realizaciones, la copoliamida de la invención se puede emplear para aplicaciones en las que se requiere resistencia a alcoholes de bajo peso molecular, por ejemplo, cubetas de filtro de combustible o recipientes de filtro, donde el etanol está presente en la gasolina o los indicadores de nivel de líquido cuando los alcoholes están presentes en el líquido.

En algunas realizaciones, las copoliamidas de la invención se pueden conservar en presencia de un disolvente. En otras realizaciones, las copoliamidas de la invención pueden ser químicamente resistentes a un disolvente. En una realización, el disolvente puede ser un disolvente polar. En otra realización, el disolvente puede ser de una clase de disolventes industriales comunes, tales como, pero sin limitarse a, alcoholes, éteres, ésteres, alcanos, nitrilos. Los ejemplos de disolventes industriales comunes pueden incluir metanol, etanol, isopropanol, propanol, butanol, acetona, acetonitrilo, ciclohexano, tetrahidrofurano. En una realización, el disolvente puede ser un alcohol C_1-C_{10}. En

otra realización, el disolvente puede ser metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, pentanol o hexanol.

En algunas realizaciones, las copoliamidas de la invención se pueden conservar en presencia de un disolvente durante al menos aproximadamente 5 horas. En otras realizaciones, las copoliamidas de la invención se pueden conservar en presencia de un disolvente durante al menos aproximadamente 10 horas. En otra realización, las copoliamidas de la invención se pueden conservarse en presencia de un disolvente durante al menos aproximadamente 16 horas. En otra realización más, las copoliamidas de la invención se pueden conservar en presencia de un disolvente durante al menos aproximadamente 20 horas. En una realización adicional, las copoliamidas de la invención se pueden conservar en presencia de un disolvente durante al menos aproximadamente 40 horas.

Las copoliamidas de la invención se pueden emplear para aplicaciones, tales como tecnología de filtros (recipientes de filtro), componentes eléctricos y/o electrónicos (precintos de baterías, regletas de bornas, botones pulsadores, carcasas para relés e interruptores, conectores, sensores y fusibles) , sistemas industriales tales como sistemas de engrase, pistolas de engrase, cubos de grasa, depósitos de lubricantes, medidores de flujo, equipos de medición, lentes de visión e inspección y rieles de guía, en óptica como monturas y lentes, gafas de seguridad, gafas deportivas y máscaras médicas, componentes de fontanería, tales como soportes, llaves, grifos, cabezales de ducha, carcasas de válvulas y válvulas de reducción de presión, conjuntos/componentes de muebles y decoración del hogar, tales como engranajes, ruedas y clips, y una amplia variedad de otras aplicaciones donde hay buena resistencia química y al estrés son importantes además de la excelente procesabilidad, contracción del molde, estabilidad dimensional, características de moldeo y colorabilidad.

En algunas realizaciones, la copoliamida de la invención puede servir como un material alternativo a los compuestos termoplásticos transparentes tradicionales tales como el policarbonato. En otras realizaciones, la copoliamida de la invención puede servir como un material atractivo y de bajo coste como reemplazo de los sistemas basados en polilaurolactamida transparente (nailon 12 o PA12). En algunas otras realizaciones, la copoliamida de la invención puede servir como una alternativa atractiva a los nailones transparentes, por ejemplo, nailon 6I/6T, donde son deseables propiedades térmicas mejoradas (T_g y HDT), menor absorción de humedad y mayor rigidez.

Otro aspecto de la invención se refiere a un método para preparar una copoliamida como se define en las reivindicaciones que comprende MPMD con una mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico en presencia de un catalizador.

En algunas realizaciones, la concentración de catalizador en la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico no es superior a 0,01% en moles. En otras realizaciones, la concentración de catalizador en la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico no es superior a 0,0075% en moles. En otra realización, la concentración de catalizador en la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico no es superior a 0,005% en moles. En otra realización más, la concentración de catalizador en la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico no es superior a 0,003% en moles.

En algunas realizaciones, el catalizador es un catalizador a base de fósforo. Los ejemplos de catalizadores adecuados a base de fósforo incluyen, entre otros, ácido hipofosfórico y sus sales de metales alcalinos y alcalinotérreos (p. ej., hipofosfito de sodio), ácido fosforoso y sus sales de metales alcalinos y alcalinotérreos (p. ej., fosfito monosódico), ácido fosfórico y sus sales de metales alcalinos y alcalinotérreos (p. ej., fosfonato monosódico), ácidos alquil-, aril- y alquil-aril- fenilfosfínicos (p. ej., ácido tolilfosfínico) y sus sales de metales alcalinos y alcalinotérreos (p. ej., fenilfosfinato de sodio o fenilfosfinato de potasio), ácidos alquil-, aril- y alquil-aril- fenilfosfónico (p. ej., ácido tolilfosfónico, ácido feniletilfosfónico o ácido ciclohexilfosfónico) y sus sales de metales alcalinos y alcalinotérreos (p. ej., fenilfosfonato de sodio). En otras realizaciones, el catalizador puede consistir en sales de aminas (p. ej., HMD o MPMD) de ácidos fenilfosfínicos y ácidos fenilfosfónicos (p. ej., HMD tolilfosfinato). En una realización, el catalizador consiste en organofosfitos tales como trifenilfosfito o Irganox 168. En otra realización, el catalizador es hipofosfito de sodio.

En una realización, el catalizador no representa más de 1000 ppm de la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico (basado en el peso de fósforo). En otra realización, el catalizador no representa más de 500 ppm de la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico. En otra realización más, el catalizador no representa más de 400 ppm de la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico. En otra realización más, el catalizador no representa más de 300 ppm de la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico. En una realización adicional, el catalizador no representa más de 150 ppm de la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico.

En algunas realizaciones, la MPMD representa al menos un exceso 6% en moles con respecto a la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico. En una realización adicional, la MPMD representa al menos 7% en moles en exceso con respecto a la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico.

En algunas realizaciones, el método comprende adicionalmente mezclar MPMD con ácido isoftálico y ácido tereftálico en agua para formar una solución salina acuosa y comprende adicionalmente:

(a) Etapa 1: calentar la solución de sal a una temperatura constante (T_1) de al menos 130°C para evaporar la solución de sal a una concentración de aproximadamente 70%;
(b) Etapa 2: calentar la solución de sal aproximadamente a 70% a una temperatura más alta (T_2) de al menos 200°C y presión (P_2) de al menos 1,38 MPa (200 psia) bajo un sistema cerrado;
(c) Etapa 3: destilar gradualmente agua de la solución mientras la presión (P_2) se mantiene constante y la temperatura aumenta a T_3 de al menos 230°C;
(d) Etapa 4: reducir gradualmente la presión a la atmósfera mientras la temperatura se incrementa a T_4 de al menos 260°C; y
(e) Etapa 5: reducción de la presión mediante vacío durante al menos 15 minutos mientras la temperatura aumenta a T_5 de al menos 280°C.

En una realización, la etapa 1 se lleva a cabo a una presión (P_1) más alta que la atmosférica. En otras realizaciones, P_1 es al menos 0,28, 0,41, 0,55, 0,69, 0,83, 0,97 o 1,10 MPa (40, 60, 80, 100, 120, 140 o 160 psia).

En algunas realizaciones, T_1 es al menos 140, 150, 160, 170, 180, 190 o 200°C. En otra realización, T_1 es de 130 a 200°C. En una realización adicional, T_1 es de 180 a 200°C.

En una realización, T_2 es al menos 205, 210, 215, 220, 225, 230 o 235°C.

En una realización, P_2 es al menos 1,40, 1,52, 1,59, 1,65, 1,72, 1,80 MPa (210, 220, 230, 240, 250, 260 psia).

En algunas realizaciones, T_3 es al menos 240, 250, 260 o 270°C.

En algunas realizaciones, T_4 es al menos 265, 270, 275 o 280°C.

En algunas realizaciones, la presión en la etapa 5 se reduce a entre 350 y 750 mbar. En una realización, la presión se reduce a menos de 750 mbar. En una realización adicional, la presión se reduce a menos de 600, 500, 400, 350 o 300 mbar.

En algunas realizaciones, T_5 es al menos 285 o 290°C.

La presión máxima en todos los casos está limitada por la presión de trabajo permitida del equipo hasta 24 MPa (3500 Psig). La temperatura máxima en todos los casos está limitada por la temperatura de descomposición térmica hasta 500°C.

Otro aspecto de la presente descripción se refiere a un método para preparar un artículo acondicionado que comprende:

i) proporcionar una copoliamida que contiene de 60 a 70% en moles de unidades de 2-metil-1,5-pentametilentereftalamida ("MPMD-T") y de 30 a 40% en moles de unidades de 2-metil-1,5-pentametilenisoftalamida ("MPMD-I");
ii) producir un artículo a partir de la copoliamida de i);
iii) acondicionar el artículo de ii); y
iv) recuperar el artículo acondicionado de iii).

En algunas realizaciones, el acondicionamiento se realiza de acuerdo con el método ISO 1110.

Procedimiento general

Las sales utilizadas en este procedimiento se producen mediante la adición gradual de MPMD a una mezcla de ácido tereftálico e isoftálico (de la proporción apropiada) en agua destilada (para producir una concentración de 40-50% p/p) a temperaturas entre 20°C y 60°C hasta que el pH de la solución resultante sea 7,6-7,7. En este punto, se añade el exceso de MPMD. El catalizador se añade a la solución de sal una vez que está en la autoclave. El catalizador puede ser un ácido orgánico o inorgánico a base de fósforo (en particular, hipofosfito de sodio).

En la operación de la Etapa 1, se prefiere realizar la destilación a una presión constante de entre 0,69 y 1,03 MPa (100-150 psia) y una temperatura constante de entre 130 y 200°C.

En la operación de la Etapa 3, se prefiere tener una presión constante de entre 1,65 y 1,93 MPa (240-280 psia).

En la operación de la Etapa 4, se prefiere reducir la presión en un solo procedimiento reducción (es decir, no con mesetas escalonadas).

En la operación de la Etapa 5, la policondensación continúa en la masa fundida y se promueve mediante el uso de vacío para eliminar el agua residual de la sal y el agua de reacción que ayuda a generar el peso molecular.

Otro aspecto de la invención se refiere a una combinación de poliamida como se define en las reivindicaciones que comprende una poliamida alifática y una poliamida semiaromática.

Los ejemplos de poliamidas alifáticas adecuadas incluyen polihexametilenadipamida (N66), policaproamida (N6), polienantamida (nailon 7), polilaurolactamida (nailon 12), polundecanamida (nailon 11), polihexametilendodecamida (nailon 612) y cualquier combinación de las mismas. Los ejemplos de poliamidas alifáticas preferidas incluyen nailon 66 (polihexametilendiamina) y nailon 6 (policaproamida).

La poliamida semiaromática es MPMD-T/MPMD-I, como se define en las reivindicaciones.

La poliamida semiaromática contiene 60 a 70% en moles de unidades de MPMD-T y 30 a 40% en moles de unidades de MPMD-I.

En algunas realizaciones, las unidades de poliamida semiaromáticas se incluyen en la combinación de poliamida en una cantidad en el intervalo de 5 a 40% en peso, con respecto a la composición total. Preferiblemente, las unidades de poliamida semiaromáticas se incluyen en una cantidad en el intervalo de aproximadamente 10 a aproximadamente 35% en peso, preferiblemente, en el intervalo de 15 a 30% en peso, con respecto a la composición total.

En otras realizaciones, el contenido de las unidades de poliamida semiaromáticas en la combinación de poliamida se controla cuidadosamente para que la combinación resultante sea semicristalina. En una realización, puede ser posible mejorar la retención de las propiedades mecánicas, en particular la rigidez, de las combinaciones de poliamida resultantes con MPMD-T/MPMD-I en el procesamiento posterior que implica un aumento de la temperatura. La mejora observada es, en particular, con referencia a combinaciones equivalentes producidas por el mismo método, pero formadas con poliamidas semiaromáticas o parcialmente aromáticas amorfas.

En algunas realizaciones, las unidades de poliamida alifática se incluyen en una cantidad de 95 a 65% en peso, con respecto a la composición total. Preferiblemente, las unidades de poliamida alifática se incluyen en una cantidad en el intervalo de 70 a 90% en peso, con respecto a la composición total. Más preferiblemente, las unidades de poliamida alifática se incluyen en una cantidad en el intervalo de 70 a 80% en peso, con respecto a la composición total.

En algunas realizaciones, la presencia de unidades de poliamida semiaromáticas en la combinación de poliamida con MPMD-T/MPMD-I altera la temperatura de transición vítrea, T_g, de la poliamida alifática que conduce a mejores propiedades mecánicas. En otras realizaciones, las mejoras en la retención de la rigidez a altas temperaturas de las combinaciones de poliamida resultantes con MPMD-T/MPMD-I significan que son útiles como nailon no reforzado en aplicaciones donde son deseables temperatura de deflexión térmica (HDT), alta T_g, alta rigidez y baja absorción de humedad.

En algunas realizaciones, las combinaciones de poliamida con MPMD-T/MPMD-I pueden comprender adicionalmente uno o más aditivos tales como lubricantes, cargas de vidrio, cargas minerales, plastificantes, pigmentos, colorantes, antioxidantes, estabilizadores térmicos, estabilizadores de hidrólisis, agentes nucleantes, retardantes de llama, agentes de expansión y combinaciones de los mismos.

En algunas realizaciones, las combinaciones de poliamida con MPMD-T/MPMD-I se pueden moldear a una temperatura de menos de aproximadamente 150°C, preferiblemente menos de 130°C, y más preferiblemente a temperaturas de moldeo en agua de menos de 120°C, para producir un artículo moldeado que tenga propiedades físicas mejoradas, específicamente resistencia a la tracción, resistencia a la flexión, resistencia al impacto y otras propiedades técnicas (p ej., véanse las **Tablas 6** y **7**).

En algunas realizaciones, las combinaciones de poliamida con MPMD-T/MPMD-I se pueden producir combinando en estado fundido, en una extrusora, una unidad de poliamida alifática con una unidad de poliamida semiaromática. El experto en la técnica estará familiarizado con las técnicas de combinación en estado fundido. El equipo adecuado para combinar la poliamida y otros aditivos incluye una extrusora de doble tornillo, amasadora de fusión o mezclador por lotes. Las combinaciones de poliamida con MPMD-T/MPMD-I pueden ser adecuadas para composición o para su uso como mezcla madre. Se pueden añadir al extrusor uno o más de los aditivos comentados anteriormente con relación a la combinación de poliamida con MPMD-T/MPMD-I.

En algunas realizaciones, la combinación de polímeros con MPMD-T/MPMD-I puede proporcionar artículos o piezas de uso comercial. El artículo o pieza pueden ser un artículo o pieza moldeados producidos moldeando la combinación de poliamida con MPMD-T/MPMD-I. Ventajosamente, tales artículos moldeados exhiben propiedades físicas mejoradas. Además, es posible producir tales artículos moldeados utilizando una temperatura de moldeo de menos de 150°C.

En algunas realizaciones, se pueden producir artículos y piezas, que tienen la configuración y forma deseadas para

uso comercial, aplicando técnicas de moldeo y formación convencionales a las poliamidas y composiciones de poliamidas de la presente descripción. Estas técnicas pueden incluir moldeo por inyección, moldeo por soplado, moldeo por extrusión, vacío o compresión y similares. Por lo tanto, los artículos moldeados o las piezas que cumplen con las especificaciones de diseño se podrían utilizar como piezas termoplásticas diseñadas en instalaciones y ensamblajes.

Los artículos moldeados o las piezas fabricadas a partir de las combinaciones de poliamida con MPMD-T/MPMD-I pueden ser deseables en aplicaciones que requieren una mejor retención de las propiedades mecánicas y de rigidez en entornos operativos rigurosos. Tales aplicaciones pueden incluir (1) reemplazo de metal para aplicaciones de automoción tales como componentes bajo el capó (tapas, cárteres, ruedas dentadas, manguitos, aspas del ventilador, depósitos, componentes de control de emisiones, cajas de fusibles, conectores de arneses de cables), tren de potencia y chasis (piezas estructurales, tubos de combustible, componentes de transmisión, pedales), partes interiores (paneles de instrumentos, carcasa para columna de dirección y bolsas de aire “airbags”, molduras interiores), componentes exteriores (molduras/revestimientos laterales, tiradores de puertas y molduras exteriores); (2) electricidad y electrónica (carcasa para electrónica de consumo, conectores, formas de bobina, solenoides, sensores, interruptores, placas de interruptores, relés, motores, accionadores, controladores de iluminación, materiales de cerramiento, soportes de bobina, armadura de contacto e interruptores automáticos); (3) industriales (bombas, válvulas de presión, engranajes, guías de varillas de bombeo, accesorios y cojinetes); (4) bienes de consumo duraderos (electrodomésticos tales como refrigeradores, cocinas, lavavajillas, licuadoras, herramientas eléctricas, herramientas manuales y equipos de jardinería); (5) deportes y recreativas (ruedas de bicicleta, juguetes, botas de esquí, piezas de palos de golf y carcasas de nieve); (6) artículos para el hogar y equipos de oficina (engranajes, ruedas, soportes de montaje, abrazaderas, bridas, componentes de fontanería, accesorios, carcasas y accesorios); (7) aplicaciones sanitarias (componentes de calentadores de agua, carcasa del filtro de agua y componentes para grifos de agua), y una amplia variedad de otras aplicaciones donde la resistencia mecánica, la resistencia química, la baja contracción y la deformación reducida son deseables desde el punto de vista de la durabilidad.

En algunas realizaciones, las combinaciones de poliamida con MPMD-T/MPMD-I se pueden utilizar en una amplia gama de películas especiales, películas de barrera y aplicaciones de monofilamentos.

En algunas realizaciones, los artículos o piezas preparados a partir de la combinación de polímeros con MPMD-T/MPMD-I pueden mejorar significativamente el rendimiento de los nailones en entornos húmedos. En otras realizaciones, los artículos o piezas preparados a partir de la combinación de polímeros con MPMD-T/MPMD-I pueden tener menor grosor de pared, un peso más ligero y menores costes de material y, sin embargo, con una mayor rigidez y resistencia mecánica en entornos húmedos.

En algunas realizaciones, se puede producir un artículo acondicionado de uso comercial a partir de la combinación de poliamida con MPMD-T/MPMD-I.

Como se muestra en las Tablas 6 y 7, un artículo preparado a partir de la combinación de poliamida con MPMD-T/MPMD-I exhibe una mejora del módulo de tracción y de la resistencia a la tracción después del acondicionamiento. Las combinaciones de poliamida acondicionadas con MPMD-T/MPMD-I también exhiben una mejora del módulo de flexión y de la resistencia a la flexión que la combinación de poliamida no acondicionada con MPMD-T/MPMD-I.

En algunas realizaciones, la rigidez de la poliamida alifática tal como nailon 6 y nailon 66 se puede retener a temperaturas más altas en un grado mayor que el posible previamente mediante la combinación con poliamidas amorfas tales como una copoliamida semi-aromática de poli-hexametilenisoftalamida y poli-hexametilentereftalamida; en lo sucesivo denominada "61/6T").

Prueba y Métodos Analíticos

Se utilizaron los siguientes métodos de prueba para las determinaciones de las propiedades del polímero:

ISO 527	determinación de resistencia a la tracción, módulo de tracción, elongación a la rotura y fluencia,
ISO 178	determinación de resistencia a la flexión y módulo,
ISO 180	determinación de la resistencia al impacto Izod,
ISO 179	determinación de la resistencia al impacto Charpy,
ISO 62	determinación de la cantidad de humedad absorbida,
ISO 75	determinación de la temperatura de deflexión térmica (HDT),
ISO 307 (RV)	viscosidad relativa determinada utilizando una solución de polímero al 1% (p/v) en ácido sulfúrico al 96% en peso a 25°C,
DSC	Calorimetría Diferencial de Barrido para la determinación de transiciones térmicas,
ISO 1110	acondicionamiento acelerado de muestras (70°C, 62% de humedad relativa).
ISO 1183	determinación de Densidad

ISO 7724-1	Determinación del color L*a*b
ASTM D3418-12	Método de Prueba Convencional para Temperaturas de Transición y Entalpías de Fusión y Cristalización de Polímeros por Calorimetría Diferencial de Barrido.
ISO 6721-1	Plásticos - Determinación de propiedades mecánicas dinámicas.
DMA	Análisis mecánico dinámico.
ISO 1183-1	Plásticos. Métodos para determinar la densidad de los plásticos no celulares. Parte 1: Método de inmersión, método de picnómetro líquido y método de valoración.
ASTM D1003	Método de prueba convencional para Turbidez y Transmitancia Luminosa de Plásticos Transparentes

Los siguientes ejemplos demuestran la presente invención y su capacidad de uso. La descripción es capaz de otras y diferentes realizaciones, y sus diversos detalles son susceptibles de modificaciones en varios aspectos aparentes. Por consiguiente, los ejemplos deben considerarse de naturaleza ilustrativa y no restrictiva. Asimismo, los siguientes ejemplos ilustran modos no limitantes de llevar a cabo la invención con la disposición particular de las unidades como se describe anteriormente. Todos los porcentajes son en peso a menos que se indique lo contrario.

Ejemplo 1 (referencia)

Este ejemplo describe la preparación de una poliamida amorfa a partir de la copolimerización de 2-Metilpentametilendiamina de INVISTA DYTEK® (también denominada amina A INVISTA DYTEK®; Núm. CAS 15520-10-2), ácido tereftálico (Núm. CAS 100-21-0) y ácido isoftálico (Núm. CAS 121-91-5).

Se obtuvo una amina A INVISTA DYTEK® de INVISTA™ Specialty Intermediates. La **Tabla 5** proporciona una composición típica de la amina DYTEK® utilizada.

Tabla 5

Composición típica (% en peso)	
2-Metilpentametilendiamina	99,0
Metilciclopentanodiamina	0,6
2-Etiltetrametilendiamina	0,3
Agua	0,02
Color (APHA)	2
Apariencia	Transparente y libre de materiales suspendidos.

El ácido tereftálico utilizado se obtuvo de Lotte Chemicals. La composición atípica del ácido tereftálico era ácido tereftálico al 100%.

El ácido isoftálico utilizado se obtuvo de Eastman Chemicals. Una composición típica del ácido isoftálico era ácido isoftálico al 100%.

El catalizador utilizado durante la reacción de poli-condensación fue el monohidrato de hipofosfito de sodio ("SHP"), obtenido de Sigma Aldrich. El SHP utilizado tiene aproximadamente fósforo elemental al 29% en peso.

El Silwet® L-7605 es una silicona de poliéter, que se utiliza para mejorar la lubricidad con control de espuma durante la reacción de policondensación. Silwet® es una marca registrada de Momentive Performance Materials Inc.

[I] Preparación de la sal de amina DYTEK® A de ácidos (tereftálico + isoftálico) en solución acuosa. Esta solución salina acuosa se conoce como la solución salina acuosa de MPMD-T/MPMD-I en este y los siguientes Ejemplos 2 a 4.

La preparación se llevó a cabo en un recipiente de vidrio de 20 litros equipado con un agitador, sistema de calentamiento y dispositivo de medición de temperatura. Las preparaciones se realizaron en un entorno inerte de nitrógeno. Se añadieron sucesivamente al recipiente aproximadamente 3455,5 g (20,8 moles) de ácido tereftálico y aproximadamente 8809,0 g de agua desionizada a 23°C y presión atmosférica seguido de 2417,0 g (20,8 moles) de amina A INVISTA DYTEK® en pequeñas adiciones con agitación hasta que el pH de la solución fue 7,7. En un recipiente separado, se añadieron sucesivamente al recipiente aproximadamente 1177,0 g (7,08 moles) de ácido isoftálico y aproximadamente 3000,0 g de agua desionizada a 23°C y presión atmosférica, seguido de aproximadamente 823,0 g (7,09 moles) de amina A INVISTA DYTEK® en pequeñas adiciones con agitación hasta que el pH de la solución fue 7,7. Estas dos soluciones se combinaron antes de una adición de 211,0 g (exceso de 7,0% en moles) de amina A DYTEK® para llevar el pH de la solución a 9,8.

La preparación anterior obtuvo la solución salina acuosa de MPMD-T/MPMD-I al 40% de concentración con un contenido de ácido tereftálico/isoftálico 80/20 (% en moles) en la mezcla.

Aproximadamente 18,4 kg de la solución salina acuosa MPMD-T/MPMD-I al 40% de concentración preparada anteriormente se cargaron en un autoclave de metal de 24 litros equipado con un agitador mecánico, sistema de calentamiento y enfriamiento (camisa) y un termopar para la medición de temperatura en masa. Se añadieron aproximadamente 6,5 g de SHP para alcanzar un nivel de aproximadamente 266 ppm en peso en la mezcla de autoclave en base al peso de fósforo contenido. Se añadieron aproximadamente 2,2 g de Silwet® L-7605 a la mezcla de autoclave para alcanzar una concentración de aproximadamente 40 ppm en peso en la mezcla. La mezcla del autoclave se agitó a 70 RPM a una temperatura de 25°C.

[II] Policondensación en autoclave. Las siguientes etapas se llevaron a cabo en sucesión:

Etapa 1: Mientras se agitaba a 70 RPM, la temperatura de la mezcla de autoclave anterior de [I] que contenía una solución salina acuosa de MPMD-T/MPMD-I al 40% de concentración se aumentó gradualmente a aproximadamente 190°C. La presión del cabezal del autoclave durante este tiempo comenzó a aumentar debido a la evaporación del agua. La presión del autoclave se mantuvo a aproximadamente 1,17 MPa (170 psia) mientras que el agua presente en la mezcla de reacción se destiló constantemente del autoclave. El agua en la mezcla de autoclave se evaporó para alcanzar una solución salina acuosa de MPMD-T/MPMD-I de aproximadamente 70% manteniendo una temperatura de 192-201°C y una presión de aproximadamente 1,17 MPa (170 psia) durante aproximadamente 50 minutos.
Etapa 2: La mezcla de autoclave que contenía una solución salina acuosa de MPMD-T/MPMD-I al 70% de la Etapa 1 se calentó adicionalmente a aproximadamente 217°C de temperatura durante aproximadamente 6 minutos mientras se continuaba la agitación a 80 RPM. La presión del cabezal del autoclave se incrementó gradualmente a aproximadamente 1,83 MPa (265 psia). La válvula de ventilación de control se cerró para evitar la pérdida de vapor y permitir que aumentara la presión.
Etapa 3: La mezcla de autoclave de la Etapa 2 continuó con un aumento adicional de temperatura a aproximadamente 258°C durante aproximadamente 75 minutos. La presión del cabezal del autoclave se mantuvo a aproximadamente 1,83 MPa (265 psia) mientras la temperatura aumentaba gradualmente y se destilaba más agua del autoclave. La masa de reacción del autoclave se agitó continuamente a 80 RPM. El valor de ventilación de control fue regulado para permitir la pérdida de vapor mientras se mantenía la presión del autoclave en el objetivo.
Etapa 4: La presión de la cabeza del autoclave se alivió gradualmente a aproximadamente la presión atmosférica durante aproximadamente 20-30 minutos y la temperatura de la masa de reacción de la Etapa 3 se aumentó simultáneamente a aproximadamente 282°C. Durante este procedimiento, la masa de reacción del autoclave se agitó continuamente a 55 RPM.
Etapa 5: Con agitación continua a 15 RPM, la presión del cabezal del autoclave se redujo gradualmente a partir de la presión de la Etapa 4 a aproximadamente 350 mbar [5 Psia] utilizando una bomba de vacío hermética y se mantuvo a ese valor durante aproximadamente 25 minutos. Durante este tiempo, la temperatura se aumentó simultáneamente a 285-290°C para finalizar la reacción de policondensación.

Una vez que se completó el ciclo de vacío de 25 minutos en la Etapa 5, se detuvo la agitación y la masa de polímero fundida se sacó del autoclave en forma de un cordón en un baño de agua antes de desmenuzar. El polímero recuperado era de color amarillo, transparente y de consistencia uniforme. El polímero obtenido en este ejemplo se analizó para exhibir 1,94 VR, 34 AEG [Grupos terminales de amina], temperatura de transición vítrea, T_g, de 147°C mediante DSC y HDT (a 1,8 MPa) de 122°C.

Ejemplo 2

Este ejemplo describe la preparación de un polímero a partir de una solución salina acuosa de MPMD-T/MPMD-I al 40% de concentración que tiene contenidos de ácido tereftálico/isoftálico 70/30 (molar) en la mezcla.

La preparación de la solución salina acuosa de MPMD-T/MPMD-I se llevó a cabo utilizando los ingredientes y el procedimiento descritos en el Ejemplo 1, y utilizando las siguientes cantidades de material:

Aproximadamente 3021,0 g (26 moles) de amina A INVISTA DYTEK® (más un exceso de 7% en moles de amina A DYTEK® de 211,0 g), aproximadamente 3024,0 g (18,2 moles) de ácido tereftálico, aproximadamente 1296,0 g (7.80 moles) de ácido isoftálico y aproximadamente 11011,0 g de agua desionizada. Como en el Ejemplo 1, las soluciones de sal se prepararon en lotes separados antes de mezclarlas entre sí y se añadió el exceso de amina A DYTEK®.

Se llevó a cabo el método de policondensación de cinco etapas descrito en el Ejemplo 1 utilizando la solución salina acuosa preparada de MPMD-T/MPMD-I al 40% de concentración que tiene contenidos de ácido tereftálico/isoftálico 70/30 (molar) en la mezcla. El polímero recuperado era de color amarillo, transparente y de consistencia uniforme. El polímero obtenido en este ejemplo se analizó para exhibir 1,90 VR, 36 AEG, temperatura de transición vítrea, T_g, de 145°C mediante DSC y HDT (a 1,8 MPa) de 121°C.

Ejemplo 3

Este ejemplo describe la preparación de un polímero a partir de una solución salina acuosa de MPMD-T/MPMD-I al 40% de concentración que tiene contenidos de ácido tereftálico/isoftálico 60/40 (molar) en la mezcla.

La preparación de la solución salina acuosa de MPMD-T/MPMD-I se llevó a cabo utilizando los ingredientes y el procedimiento descritos en el Ejemplo 1, y utilizando las siguientes cantidades de material:

Aproximadamente 3021,0 g (26 moles) de amina A INVISTA DYTEK® (más un exceso de 7% en moles de amina A DYTEK® de 211,0 g), aproximadamente 2592,0 g (15,6 moles) de ácido tereftálico, aproximadamente 1728,0 g (10,4 moles) de ácido isoftálico y aproximadamente 11011,0 g de agua desionizada. Como en el Ejemplo 1, las soluciones de sal se prepararon en lotes separados antes de mezclarlas entre sí y se añadió el exceso de amina A DYTEK®.

El método de policondensación de cinco etapas descrito en el Ejemplo 1 se llevó a cabo utilizando la solución salina acuosa MPMD-T/MPMD-I al 40% de concentración preparada que tiene contenido de ácido tereftálico/isoftálico 60/40 (molar) en la mezcla. El polímero recuperado era de color amarillo, transparente y de consistencia uniforme. El polímero obtenido en este ejemplo se analizó para exhibir 2,04 VR, 46 AEG, temperatura de transición vítrea, T_g, de 145°C mediante DSC y HDT (a 1,8 MPa) de 122°C.

Ejemplo 4 - comparativo

Este ejemplo comparativo describe la preparación de un polímero a partir de una solución salina acuosa al 40% de concentración que tiene contenidos de ácido tereftálico/isoftálico 0/100 (molar) en la mezcla.

La preparación de la solución salina acuosa se llevó a cabo utilizando los ingredientes y el procedimiento descritos en el Ejemplo 1, y utilizando las siguientes cantidades de material:

Aproximadamente 3021.0g (26 moles) de la amina INVISTA DYTEK® A (más un exceso de 7% en moles de DYTEK® A de 211,0 g), aproximadamente 4319,0 g (26 moles) de ácido isoftálico y aproximadamente 11011,0 g de agua desionizada.

El método de policondensación de cinco etapas descrito en el Ejemplo 1 se llevó a cabo utilizando la solución salina acuosa preparada al 40% de concentración con un contenido de ácido tereftálico/isoftálico 0/100 (molar) en la mezcla. El polímero recuperado era de color amarillo, transparente y de consistencia uniforme. El polímero obtenido en este ejemplo se analizó para exhibir 1,76 VR, 52 AEG, temperatura de transición vítrea, T_g, de 136°C mediante DSC y HDT (a 1,8 MPa) de 117°C.

La **Tabla 2** representa los datos de las pruebas mecánicas obtenidos para los polímeros preparados en los Ejemplos 1 a 4.

En las **Tablas 6** y 7 siguientes y en las Figuras, "DT/DI" se refiere a MPMD-T/MPMD-I. "6I/6T" se refiere a una copoliamida semi-aromática de polihexametilenisoftalamida y polihexametilentereftalamida. La resina 6I/6T está disponible comercialmente de EMS-Grivory (etiquetada "G21"). "35% GF PA 66" se refiere a una resina con base de poliamida 66 cargada con fibra de vidrio al 35% en peso. "35% GF PA 66 + 6I/6T" se refiere a una mezcla de poliamida que comprende 35% en peso de componentes de poliamida 66 y 6I/6T cargados con fibra de vidrio. En las tablas, las mezclas a base de nailon 6 y nailon 66 75:25 (p:p) con MPMD-T/MPMD-I o 6I/6T tienen la etiqueta correspondiente "Nailon 6" y "Nailon 66".

Las **Fig. 1-3** ilustran la mejora de las propiedades mecánicas de un compuesto de resina con fibra de vidrio al 35% con una razón en la resina de 75% en peso de nailon 66 y 25% en peso de copoliamida semi-aromática MPMD-T/MPMD-I, preparada de acuerdo con la presente descripción. Se observa una mejora de al menos el 37% en comparación con un nailon 66 convencional (35% de fibra de vidrio).

Las **Fig. 4** y **5** ilustran la mejora de la resistencia mecánica y la rigidez de un compuesto de resina con fibra de vidrio al 35% con una razón en la resina de 75% en peso de nailon 66 y 25% en peso de copoliamida semi-aromática MPMD-T/MPMD-I, preparada de acuerdo con la presente descripción y a temperatura creciente.

Las **Fig. 6-8** ilustran la mejora de las propiedades mecánicas de un compuesto de resina con fibra de vidrio al 35% con una razón en la resina de 75% en peso de nailon 6 y 25% en peso de copoliamida semi-aromática MPMD-T/MPMD-I, preparada de acuerdo con la presente descripción. Se observa una mejora del esfuerzo flexión @ 3,5% por tensión de 43% frente a un nailon 6 convencional (cargado con 35% de fibra de vidrio). Se observa una mejora del módulo de flexión de 39% frente a un nailon 6 convencional (cargado con 35% de fibra de vidrio). Se observa una mejora de la resistencia a la tracción de 15% frente a un nailon 6 convencional (cargado con 35% de fibra de vidrio).

La **Fig. 9** ilustra la mejora de la estabilidad dimensional de un compuesto de resina con fibra de vidrio al 35% con una razón en la resina de 75% en peso de nailon 6 y 25% en peso de copoliamida semi-aromática MPMD-T/MPMD-I, preparada de acuerdo con la presente descripción. El hinchamiento volumétrico se reduce a casi la mitad en comparación con un nailon 6 convencional (cargado con 35% de fibra de vidrio).

Las **Fig. 10** y **11** ilustran la mejora de la resistencia mecánica y la rigidez de un compuesto de resina con fibra de vidrio al 35% con una razón en la resina de 75% en peso de nailon 6 y 25% en peso de copoliamida semi-aromática MPMD-T/MPMD-I, preparada de acuerdo con la presente descripción y a temperatura creciente. A una temperatura de 50°C, se observa que las mejoras en el módulo de tracción y el módulo de flexión son de 34% y 26%, respectivamente, en comparación con un nailon 6 convencional (cargado con 35% de fibra de vidrio).

Tabla 6: Combinaciones de Nailon 66 - Propiedades Técnicas

Propiedades	Método de Prueba	**Nailon 66 con 35% GF**		**Nailon 66 con 35% GF + MPMD-T/MPMD-I 75:25 (p:p)**		**Nailon 66 con 35% GF + 6I/6T 75:25 (p:p)**	
		DAM	**Acond**	**DAM**	**Acond**	**DAM**	**Acond**
Temperatura de fusión (°C)	ASTM D3418-12 (DSC)	265		264			
Temperatura de Transición Vítrea (°C)	ISO 6721-1 (DMA)	87		108		102	
Módulo de Tracción (GPa)	ISO 527-1,2	11,1	7,3	10,9	10,2	10,6	9,8
% de retención del módulo de tracción después del acondicionamiento		66		94		92	
Resistencia a la tracción (MPa)	ISO 527-1,2	174	118	180	135	183	133
% de retención de la resistencia a la tracción después del acondicionamiento		68		75		73	
Elongacion @ a la rotura (%)	ISO 527-1,2	4,5	6,6	4,1	4,2	5,0	6,3
Módulo de Flexión (GPa)	ISO 178	10,0	6,7	10,2	9,6	9,4	8,2
% de retención del módulo de flexión después del acondicionamiento		67		94		87	
Esfuerzo de flexión @ 3,5% por tensión	ISO 178	270	167	-	228		194
Resistencia a la flexión (MPa)	ISO 178	275	193	269	232	271	209
% de retención de la resistencia a la flexión después del acondicionamiento		70		86		77	
Resistencia al Impacto (kJ/m^2) (Izod con Muesca, 23°C)	ISO 180	9,8	12,5	8,5	8,1	9,0	9,3
HDT @ 1,8 MPa (°C)	ISO 75	251	-	224	-		
HDT @ 0,45 MPa (°C)	ISO 75	262	-	253	-		
Densidad (g/cm^3)	ISO 1183-1	1,41	1,42	1,42	1,43		
Absorción de humedad (%)	ISO 1110	1,95		2,08			

DMA = Análisis mecánico dinámico.
DAM = condiciones secas después de desmoldear; todas las pruebas mecánicas realizadas a 23°C.
Acond = acondicionado según ISO 1110 (70°C, 62% HR) al equilibrio; todas las pruebas mecánicas realizadas a 23°C.
GF = fibra de vidrio

Tabla 7: Combinaciones de Nailon 6 - Propiedades técnicas

Propiedad	Método de prueba	**Nailon 6 con 35% GF**		**Nailon 6 con 35% GF + MPMD-T/MPMD-I 75:25 (p:p)**		**Nailon 6 con 35% GF + 6I/6T 75:25 (p:p)**	
		DAM	**Acond**	**DAM**	**Acond**	**DAM**	**Acond**
Temperatura de fusión (°C)	DSC (20°C/min)	221		218			
Temperatura de Transición Vítrea (°C)	ISO 6721-1 (DMA)	62		87		84	
Módulo de tracción (GPa)	ISO 527-1,2	10,9	6,2	10,8	8,5	10,5	7,2
% de retención del módulo de tracción después del acondicionamiento		57		79		69	
Resistencia a la tracción (MPa)	ISO 527-1,2	187	118	196	136	195	128
% de retención de la resistencia a la tracción después del acondicionamiento		63		69		65	
Elongación @ a la Rotura (%)	ISO 527-1,2	3,8	7,5	3,6	6,0	3,5	8,4
Módulo de Flexión (GPa)	ISO 178	9,5	6,1	9,5	8,5	9,5	7,3
% de retención del módulo de flexión después del acondicionamiento		64		89		77	
Esfuerzo de flexión @ 3,5% por tensión (MPa)	ISO 178	278	140	291	200	292	164
% de retención de la resistencia a la flexión después del acondicionamiento		50		69		56	
Resistencia al impacto (kJ/m2) (Izod con Muesca, 23°C)	ISO 180	14	23	12	14	13	16
HDT @ 1,8 MPa (°C)	ISO 75	207	195	180	155		
HDT @ 0,45 MPa (°C)	ISO 75	220	218	215	215		
Densidad (g/cm^3)	ISO 1183-1	1,41	1,41	1,42	1,43		
Hinchamiento volumétrico (%)	ISO 1110	1,97		1,01			

DMA = Análisis mecánico dinámico.
DAM = condiciones secas después de desmoldear; todas las pruebas mecánicas realizadas a 23°C.
Acond = acondicionado según ISO 1110 (70°C, 62% HR) al equilibrio; todas las pruebas mecánicas realizadas a 23°C.
GF = fibra de vidrio

REIVINDICACIONES

1. Una composición que comprende una copoliamida que contiene de 60 a 70% en moles de unidades de 2-metil-1,5-pentametilentereftalamida ("MPMD-T") y de 30 a 40% en moles de unidades 2-metil-1,5-pentametilenisoftalamida ("MPMD-I"), en donde la copoliamida tiene una viscosidad relativa ("RV"), como se determina de acuerdo con el método ISO 307 (RV), de más de 1,90.

2. Una combinación de poliamida que comprende una poliamida alifática y una poliamida semiaromática, en donde la poliamida semiaromática contiene de 60 a 70% en moles de unidades de 2-metil-1,5-pentametilentereftalamida ("MPMD-T") y 30 a 40% en moles de unidades de 2-metil-1,5-pentametilenisoftalamida ("MPMD-I").

3. La composición de la reivindicación 1 o la combinación de la reivindicación 2, en donde:

a) la resistencia a la tracción de la copoliamida, según lo determinado por el método ISO 527, es superior a 80 MPa, y/o;
b) la resistencia al impacto Izod con muesca de la copoliamida, según lo determinado por el método ISO 180, es superior a 5 kJ/m^2 y/o
c) la resistencia al impacto Izod sin muesca de la copoliamida, según lo determinado por el método ISO 180, es superior a 30 kJ/m^2 y/o
d) la copoliamida tiene un módulo de tracción, según lo determinado por el método ISO 527, de más de 3,0 GPa, y/o;
e) la copoliamida tiene un módulo de flexión, según lo determinado por el método ISO 178, de más de 3,0 GPa, y/o;
f) la copoliamida tiene una resistencia a la flexión, según lo determinado por el método ISO 178, de más de 130 GPa.

4. La composición o combinación de una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en donde la copoliamida se conserva en presencia de un disolvente polar, por ejemplo, un alcohol, por ejemplo, metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol o hexanol.

5. La composición o combinación de la reivindicación 4, en donde la copoliamida se conserva en presencia de un disolvente durante al menos 5 horas.

6. La combinación de poliamida de una cualquiera de las reivindicaciones 2-5, en donde las unidades de poliamida semiaromáticas se incluyen en la combinación de poliamida en una cantidad en el intervalo de 5 al 40%, preferiblemente de 10 al 35% en peso, más preferiblemente de 15 al 30% en peso %, con respecto a la composición total.

7. La combinación de poliamida de una cualquiera de las reivindicaciones 2-6, en donde las unidades de poliamida alifática se incluyen en una cantidad de aproximadamente 65 a 95% en peso, preferiblemente 70 a 90% en peso, más preferiblemente 70 a 80% en peso, con respecto a la composición total.

8. La combinación de poliamida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 7, en donde la poliamida alifática se selecciona entre: polihexametilenadipamida (N66), policaproamida (N6), polienantamida (nailon 7), polilaurolactamida (nailon 12), polundecanamida (nailon 11), polihexametilendodecamida (nailon 612), y cualquier combinación de las mismas, preferiblemente seleccionadas entre nailon 66 (polihexametilenadipamida) y nailon 6 (policaproamida).

9. Un artículo moldeado que comprende la composición o combinación de una cualquiera de las reivindicaciones 1-8.

10. Un método para preparar una composición de copoliamida de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende la policondensación de 2-metil-1,5-pentametilendiamina ("MPMD") con una mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico en presencia de un catalizador.

11. El método de la reivindicación 10, en donde el catalizador es un catalizador a base de fósforo, preferiblemente hipofosfito de sodio.

12. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 10-11, en donde la MPMD representa al menos 6% en moles en exceso con respecto a la mezcla de ácido isoftálico y ácido tereftálico.

13. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 10-12, que comprende adicionalmente mezclar MPMD con ácido isoftálico y ácido tereftálico en agua para formar una solución salina acuosa y que comprende adicionalmente:

(a) Etapa 1: calentar la solución de sal a una temperatura constante (T_1) de al menos 130°C para evaporar la

solución de sal a una concentración de aproximadamente 70%;
(b) Etapa 2: calentar la solución de sal a aproximadamente al 70% a una temperatura más alta (T_2) de al menos 200°C y presión (P_2) de al menos 1,38 MPa (200 psia) bajo un sistema cerrado;
(c) Etapa 3: destilar gradualmente agua de la solución mientras la presión (P_2) se mantiene constante y la temperatura se aumenta a una T_3 de al menos 230°C;
(d) Etapa 4: reducir gradualmente la presión a la atmosférica mientras la temperatura se aumenta a una T_4 de al menos 260°C; y
(e) Etapa 5: reducir la presión mediante vacío durante al menos 15 minutos mientras la temperatura se aumenta a una T_5 de al menos 280°C.

14. El método de la reivindicación 13, en donde la etapa 1 se realiza a una presión (P_1) más alta que la atmosférica.

15. Un método para preparar un artículo acondicionado que comprende:

i) proporcionar una copoliamida que contiene de 60 al 70% en moles de unidades de 2-metil-1,5-pentametilentereftalamida ("MPMD-T") y de 30 al 40% en moles de unidades de 2-metil-1,5-pentametilenisoftalamida ("MPMD-I");
ii) producir un artículo en condiciones secas después de desmoldear a partir de la copoliamida de i);
iii) acondicionar el artículo de ii); y
iv) recuperar el artículo acondicionado de iii).

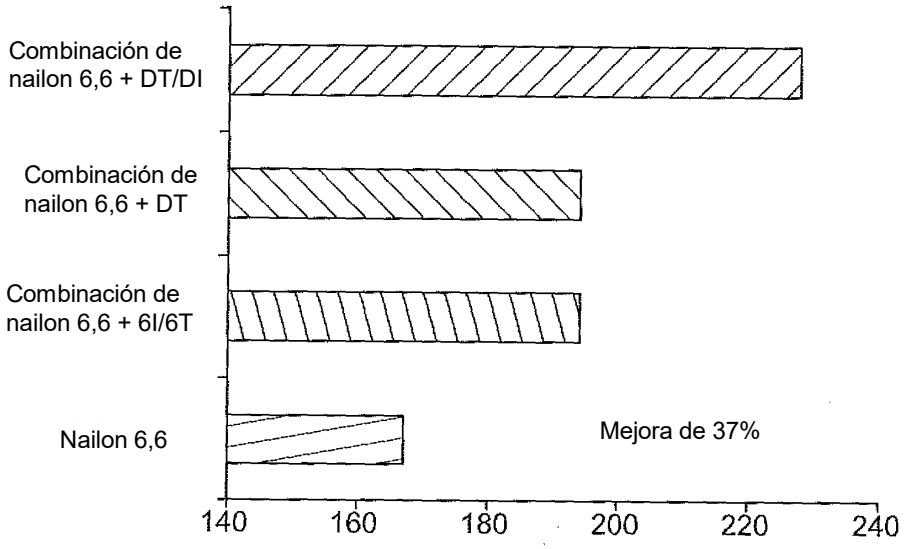
Combinación de nailon 6,6 + DT/DI
Combinación de nailon 6,6 + DT
Combinación de nailon 6,6 + 6I/6T
Nailon 6,6
Mejora de 37%
140
160
180
200
220
240

FIG. 1

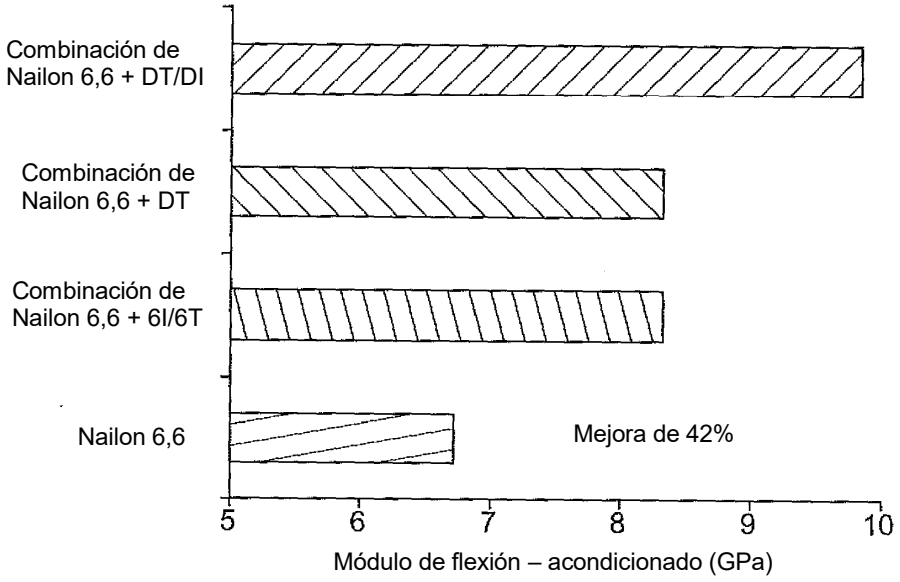
Combinación de Nailon 6,6 + DT/DI
Combinación de Nailon 6,6 + DT
Combinación de Nailon 6,6 + 6I/6T
Nailon 6,6
Mejora de 42%
5
6
7
8
9
10
Módulo de flexión – acondicionado (GPa)

FIG. 2

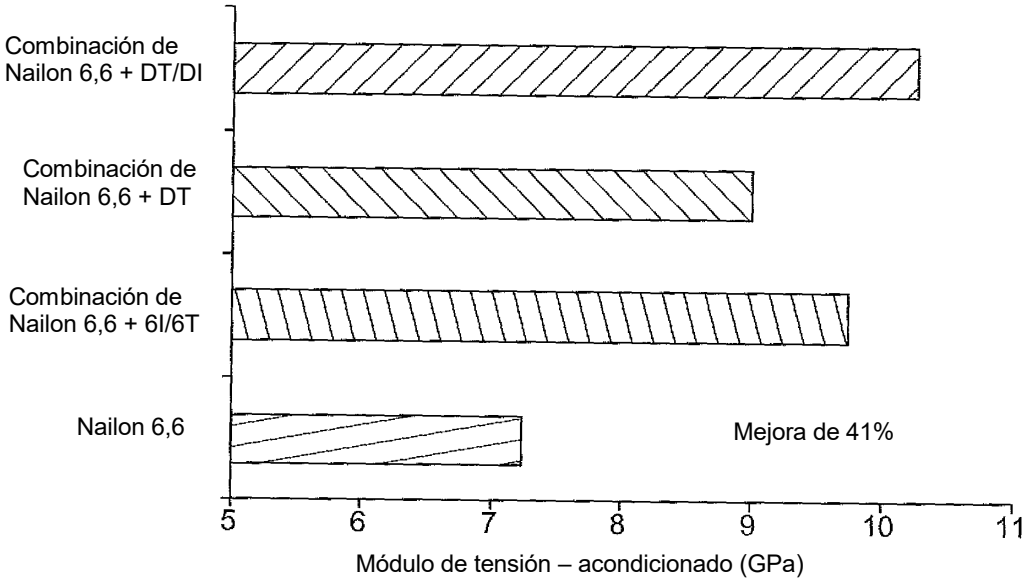
Combinación de Nailon 6,6 + DT/DI
Combinación de Nailon 6,6 + DT
Combinación de Nailon 6,6 + 6I/6T
Nailon 6,6
Mejora de 41%
5
6
7
8
9
10
11
Módulo de tensión – acondicionado (GPa)

FIG. 3

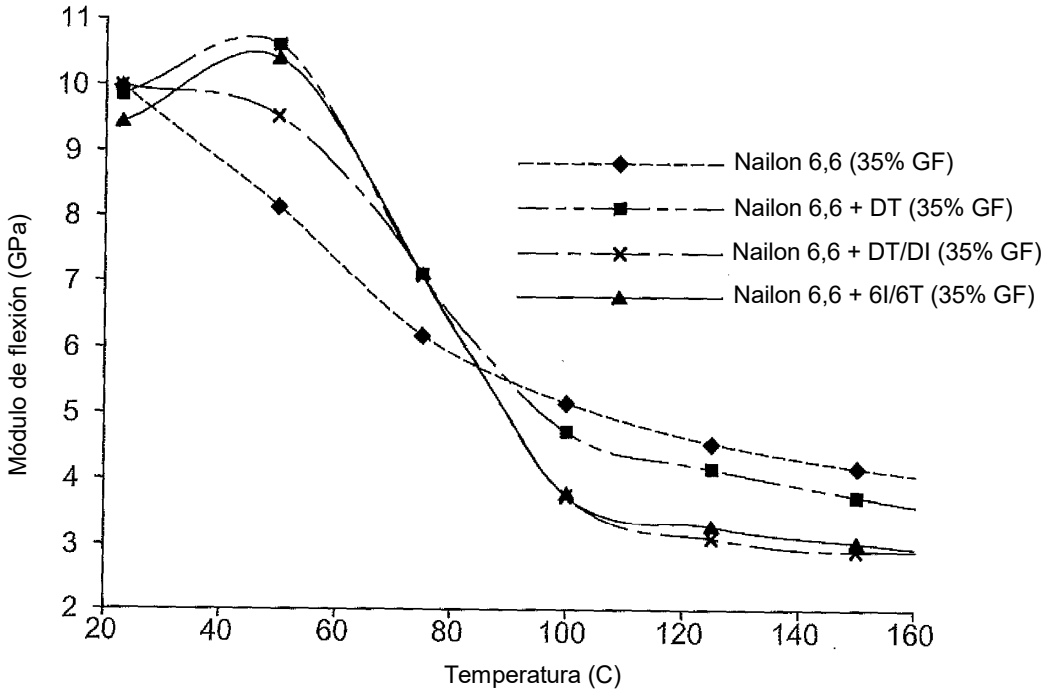
Módulo de flexión (GPa)
11
10
9
8
7
6
5
4
3
2
20
40
60
80
100
120
140
160
Temperatura (C)
Nailon 6,6 (35% GF)
Nailon 6,6 + DT (35% GF)
Nailon 6,6 + DT/DI (35% GF)
Nailon 6,6 + 6I/6T (35% GF)

FIG. 4

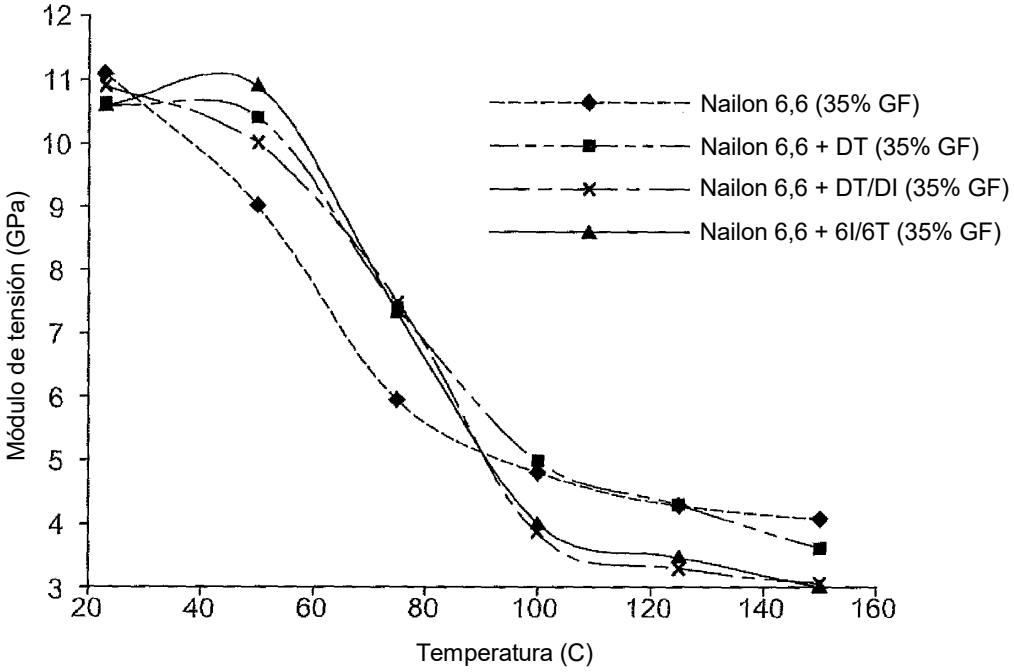
Módulo de tensión (GPa)
12
11
10
9
8
7
6
5
4
3
20
40
60
80
100
120
140
160
Temperatura (C)
Nailon 6,6 (35% GF)
Nailon 6,6 + DT (35% GF)
Nailon 6,6 + DT/DI (35% GF)
Nailon 6,6 + 6I/6T (35% GF)

FIG. 5

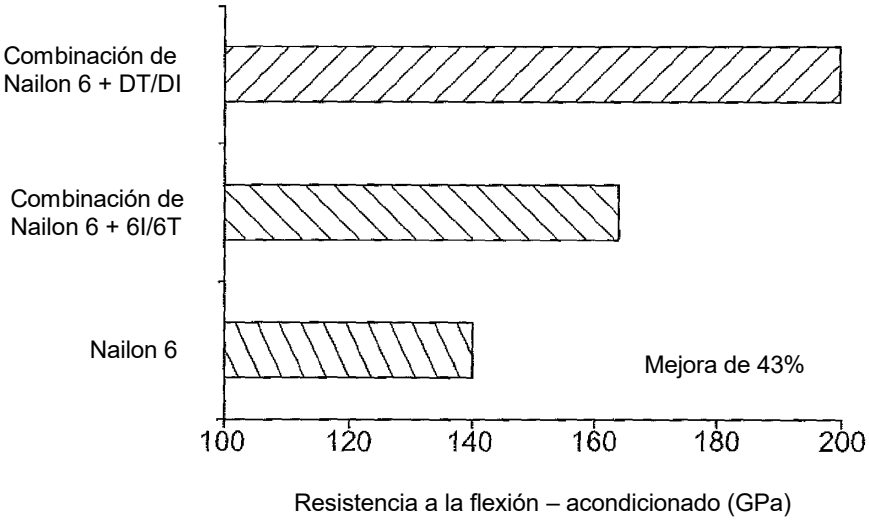
Combinación de Nailon 6 + DT/DI
Combinación de Nailon 6 + 6I/6T
Nailon 6
Mejora de 43%
100
120
140
160
180
200
Resistencia a la flexión – acondicionado (GPa)

FIG. 6

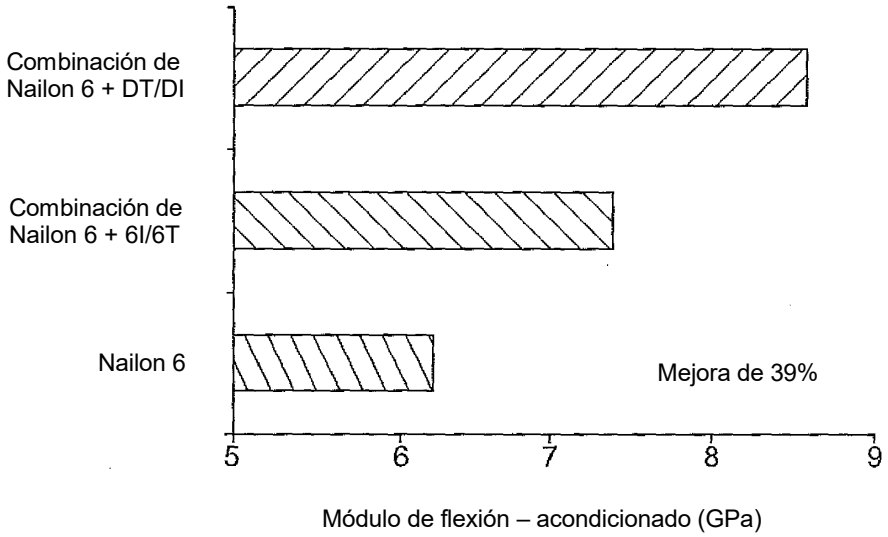
Combinación de Nailon 6 + DT/DI
Combinación de Nailon 6 + 6I/6T
Nailon 6
Mejora de 39%
5
6
7
8
9
Módulo de flexión – acondicionado (GPa)

FIG. 7

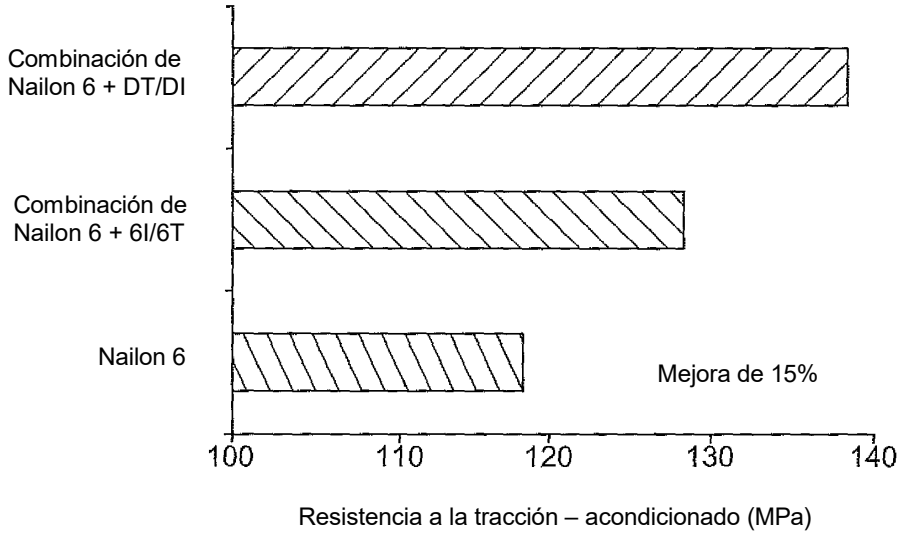
Combinación de Nailon 6 + DT/DI
Combinación de Nailon 6 + 6I/6T
Nailon 6
Mejora de 15%
100
110
120
130
140
Resistencia a la tracción – acondicionado (MPa)

FIG. 8

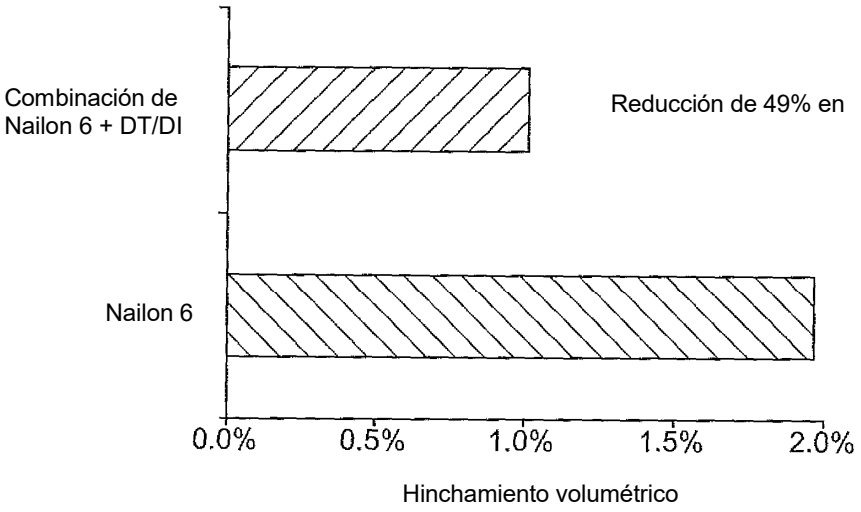
Combinación de
Nailon 6 + DT/DI
Reducción de 49% en
Nailon 6
0.0%
0.5%
1.0%
1.5%
2.0%
Hinchamiento volumétrico

FIG. 9

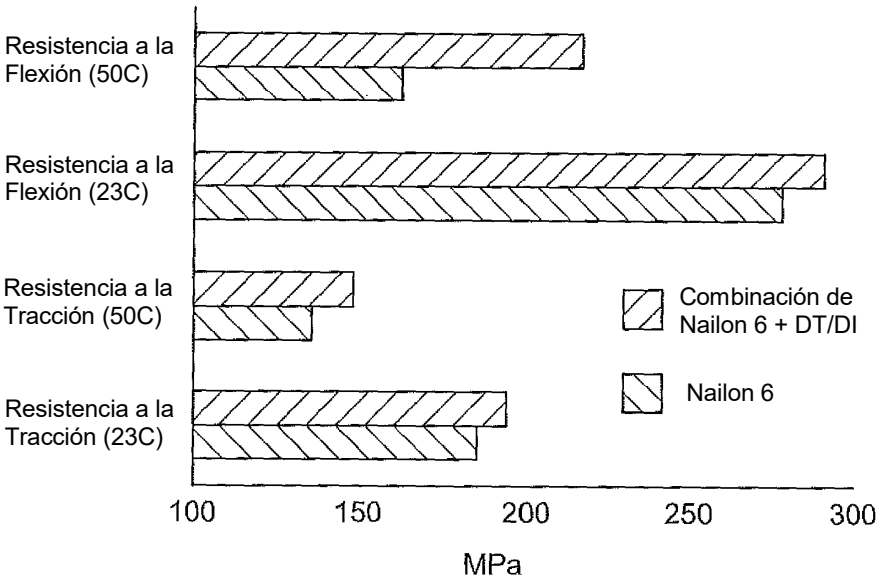
Resistencia a la
Flexión (50C)
Resistencia a la
Flexión (23C)
Resistencia a la
Tracción (50C)
Resistencia a la
Tracción (23C)
Combinación de
Nailon 6 + DT/DI
Nailon 6
100
150
200
250
300
MPa

FIG. 10

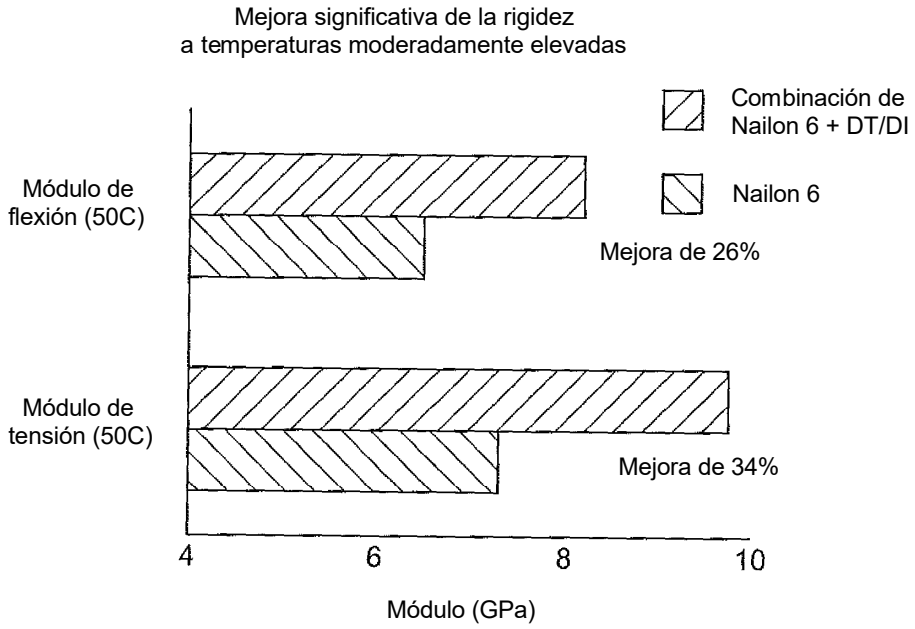
Mejora significativa de la rigidez
a temperaturas moderadamente elevadas
Combinación de
Nailon 6 + DT/DI
Nailon 6
Módulo de
flexión (50C)
Mejora de 26%
Módulo de
tensión (50C)
Mejora de 34%
4
6
8
10
Módulo (GPa)

FIG. 11