

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 781 831**

51 Int. Cl.:

C08J 5/04	(2006.01)
C08K 3/04	(2006.01)
C08L 51/06	(2006.01)
C08K 7/06	(2006.01)
C08J 5/18	(2006.01)
C08L 23/12	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.11.2012 PCT/JP2012/079731**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.07.2013 WO13105340**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.11.2012 E 12865486 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.03.2020 EP 2803693**

54 Título: **Lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y artículo moldeado con la misma**

30 Prioridad:

10.01.2012 JP 2012001810

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

08.09.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**MURAMATSU, HIDETAKA y
HIRANO, NORIYUKI**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 781 831 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

Lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y artículo moldeado con la misma

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y a un artículo moldeado con la misma.

10 Antecedentes del estado de la técnica

Los plásticos reforzados con fibra de carbono (en lo sucesivo denominados como "CFRP"), debido a que son livianos y tienen excelentes propiedades mecánicas, tienen un historial impresionante en los materiales deportivos tales como palos de golf, cañas de pescar y raquetas así como en las aplicaciones en aeronaves. En los últimos años, los CFRP se han aplicado cada vez más también en los campos industriales de palas de molinos de viento, recipientes a presión, materiales de construcción de refuerzo y similares. Además, en las aplicaciones automotrices en las el desarrollo de vehículos eléctricos se ha intensificado y la reducción de peso es cada vez más demandada, los CFRP están atrayendo mucha atención.

20 Convencionalmente, en los CFRP, debido a la demanda de altas propiedades mecánicas, se han usado principalmente resinas termoendurecibles tales como resinas epóxicas. Sin embargo, en los últimos años, se han estudiado activamente los CFRP que usan una resina termoplástica que tiene un ciclo de procesamiento rápido y una excelente productividad. En particular, se espera que los CFRP en los que se usa polipropileno que es ligero y económico y que tiene una excelente resistencia al agua y resistencia química como resina de matriz (en adelante, los "CFRP termoplásticos") se utilicen ampliamente en las aplicaciones industriales.

25 Los CFRP termoplásticos generalmente adoptan la forma de, por ejemplo, un granulado compuesto para moldeo por inyección o una lámina para moldeo por estampación. En particular, una lámina termoplástica de CFRP que utiliza fibras discontinuas tiene una excelente productividad y capacidad de conformación y, por lo tanto, es una forma de material que llama la atención principalmente en las aplicaciones industriales.

30 Documentos del estado de la técnica

Documentos de patente

35 El documento de patente 1 describe un material en forma de lámina en el que una lámina compuesta por fibras de refuerzo discontinuas que tienen una distribución de longitud de fibra específica se impregna con una resina termoplástica. Además, el documento de patente 2 describe un material en forma de lámina en el que los hilos cortados orientados aleatoriamente se impregnan con una resina termoplástica. Los artículos moldeados que usan las láminas termoplásticas de CFRP descritas en estos documentos muestran excelentes propiedades mecánicas.

40 El documento de patente 3 describe un material para moldeo a presión que tiene una adhesión mejorada entre fibras de carbono discontinuas y una resina termoplástica y exhibe buenas propiedades mecánicas y resistencia al impacto. El documento de patente 6 describe un preimpregnado que comprende un material base de fibra de refuerzo impregnado con una resina termoplástica, en el que el material base de fibra de refuerzo comprende de 0 a 50% en masa de fibras de refuerzo, cada una con una longitud de fibra de más de 10 mm, de 50 a 100% en masa de fibras de refuerzo, cada una con una longitud de fibra de 2 a 10 mm, y de 0 a 50% en masa de fibras de refuerzo, cada una con una longitud de fibra de menos de 2 mm, el promedio de ángulos de orientación bidimensionales formado por un filamento de refuerzo (a) y un filamento de refuerzo (b) que intersectan el filamento de refuerzo (a) es de 10 a 80 DEG, el espesor h0 (mm) a 23 DEG C es de 0,03 a 1 mm, y la resistencia a la tracción A es 0,01 MPa o más. El documento de patente 7 se refiere a una composición de resina termoplástica reforzada con fibra que comprende del 0,1 al 10% en masa de un polímero (met)acrílico, del 1 al 70% en masa de fibra de refuerzo y del 20 al 98,9% en masa de una resina termoplástica, en la que el polímero (met)acrílico tiene, en una cadena lateral, al menos un grupo funcional seleccionado de un grupo hidroxilo, un grupo carboxilo, un grupo amida y un grupo urea, y tiene una densidad de energía cohesiva (CED) de 385 a 550 MPa.

[Documento de patente 1] JP 2010-235779A

[Documento de patente 2] WO 2007/020910

[Documento de patente 3] JP 2008-169344A

60 [Documento de patente 4] JP 2010-150358A

[Documento de patente 5] JP 2002-3616A

[Documento de patente 6] EP 2 314 642 A2

[Documento de patente 7] EP 2 530 124 A1

65 Documentos que no son de patente

[Documento 1 que no es de patente] Chiang W.Y. y Huang C.Y., Composites Polymer, 4 (1991), 251.

[Documento 2 que no es de patente] Drzal, L.T., Mater. Sci. Ing. A126 (1990), 289.

Sumario de la invención

5

Problemas a resolver por la invención

Los artículos moldeados que usan las láminas termoplásticas de CFRP de acuerdo con los documentos de patente 1 y 2 muestran un comportamiento de fractura frágil; por lo tanto, se desea una mejora en la resistencia al impacto.

10

El material para el moldeo a presión de acuerdo con el documento de patente 3 tampoco se considera que tenga suficiente resistencia al impacto.

15

Un objetivo de la presente invención es proporcionar una lámina discontinua de polipropileno reforzado con fibra de carbono que tenga un excelente equilibrio de resistencia al impacto y propiedades mecánicas. Más particularmente, un objetivo de la presente invención es proporcionar: una lámina discontinua de polipropileno reforzado con fibra de carbono que tenga excelentes propiedades mecánicas y alta resistencia al impacto; y un artículo moldeado con la misma.

20

Medios para resolver los problemas

Para resolver los problemas descritos anteriormente, la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención se define en la reivindicación 1. Las realizaciones preferidas se definen en las reivindicaciones dependientes 2-5.

25

Además, el artículo moldeado de la presente invención se define en la reivindicación 6. Una realización preferida adicional se define en la reivindicación dependiente 7.

30

En la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención, se prefiere que la resina de matriz comprenda el polipropileno modificado con ácido en una cantidad de 0,1 a 5% en masa.

35

En la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención, se prefiere que las fibras de carbono contenidas en la misma comprendan del 20% en masa al 75% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud superior a 5 mm y 1,0% en masa al 25% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud de menos de 2 mm.

40

En la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención, también se prefiere que las fibras de carbono contenidas en la misma comprendan del 50% en masa al 70% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud superior a 5 mm y 1,0% en masa a 10% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud de menos de 2 mm.

45

En la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención, se prefiere que, en la distribución de frecuencias de los ángulos de orientación bidimensionales de las fibras de carbono descritas anteriormente, la frecuencia relativa del intervalo de 30°, que se define en la memoria descriptiva, tenga un valor máximo de 0,25 o menor y un valor mínimo de 0,090 o mayor.

50

Se prefiere que la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención tenga un contenido en volumen de fibra de carbono del 10 al 40%.

Se prefiere que el artículo moldeado de la presente invención tenga una relación de huecos, que se define en la memoria descriptiva, de no más del 3%.

Efectos de la invención

55

La lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención tiene un rasgo característico convencionalmente desconocido en el sentido de que, al controlar la longitud de las fibras de carbono y la adhesión interfacial entre las fibras de carbono y el polipropileno en intervalos específicos, la absorción de energía asociada con la extracción de las fibras aumenta y esto permite que la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono muestre una resistencia al impacto excepcional junto con altas propiedades mecánicas. Un artículo moldeado obtenido mediante el uso de esta lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono puede usarse adecuadamente como carcasa de un equipo eléctrico o electrónico o como un elemento amortiguador de un automóvil.

60

Modo para realizar la invención

La lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención se define por las reivindicaciones. Al satisfacer estas condiciones, se creó una lámina de propileno reforzada con fibra de carbono para un artículo moldeado que es excelente tanto en propiedades mecánicas como de resistencia al impacto.

5 En los CFRP reforzados con fibras discontinuas, se ha empleado comúnmente una tecnología en la que se mejoran las propiedades mecánicas y la resistencia al impacto mejorando la adhesión entre las fibras de carbono y la resina de matriz (documentos de patente 3, 4 y 5, documento 1 que no es de patente).

10 Sin embargo, los presentes inventores revelaron que, en fibras discontinuas que tienen una cierta longitud, impartiéndoles adhesión interfacial en un intervalo específico, la absorción de energía asociada con la extracción de las fibras aumenta y esto permite exhibir un rendimiento excepcional de resistencia al impacto junto con altas propiedades mecánicas. Por otro lado, cuando las fibras son excesivamente largas, no solo se deteriora la conformación en una forma compleja, sino que también se deterioran las propiedades mecánicas debido a la flexión y el enredo de las fibras. La presente invención se obtuvo como resultado del descubrimiento de que una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono que tiene una longitud de fibra específica y resistencia al cizallamiento interfacial logra propiedades mecánicas satisfactorias y resistencia al impacto mientras retiene una alta capacidad de deformación.

20 En el presente documento, el término "propiedades mecánicas" utilizado en la presente invención se refiere a los valores de propiedades físicas de un material que se obtienen mediante pruebas mecánicas estáticas, tales como módulo elástico, resistencia y tensión de rotura, y estas propiedades se distinguen de la resistencia al impacto determinada por una prueba mecánica dinámica.

25 La lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención y un artículo moldeado con la misma se describirán ahora con más detalle.

30 En la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención, se requiere que la longitud ponderada promedio de la fibra sea de 1,5 mm a 20 mm. En el presente documento, el término "longitud ponderada promedio de la fibra" representa la longitud ponderada promedio de las fibras, tomando la masa de las fibras de carbono como 100%. En consecuencia, la longitud promedio de las fibras de carbono contenidas en la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono puede representarse por la longitud ponderada promedio de la fibra. La longitud ponderada promedio de la fibra (L_w) está representada por la siguiente ecuación.

$$L_w = \sum(L_i \times W_i)$$

- 35
- L_i : longitud de fibra medida ($i = 1, 2, 3, \dots, 400$) (unidad: mm)
 - W_i : fracción de masa de fibras de carbono que tiene la longitud de fibra L_i ($i = 1, 2, 3, \dots, 400$) (unidad:% en masa)

40 Cuando la longitud ponderada promedio de las fibras de carbono es inferior a 1,5 mm, dado que el efecto de refuerzo de las fibras de carbono es bajo, no se pueden obtener suficientes propiedades mecánicas. Además, dado que el área interfacial entre las fibras de carbono y la resina de matriz es pequeña, la resistencia al impacto se reduce. Mientras tanto, cuando la longitud ponderada promedio de la fibra es mayor de 20 mm, se incrementa la expansión del espesor en la etapa de laminación o la etapa de moldeo, de modo que se altera la facilidad de manejo. Además, dado que las fibras de carbono están en forma de haces debido a su baja dispersabilidad, el artículo moldeado resultante contiene huecos. Además, la flexión, el enredo y similares de las fibras pueden causar el deterioro de las propiedades mecánicas y la resistencia al impacto del artículo moldeado resultante.

50 Además, se prefiere que las fibras de carbono contenidas en la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención comprendan del 20% en masa al 75% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud superior a 5 mm y 1,0% en masa al 25% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud de menos de 2 mm. Al incorporar un 20% en masa o más de fibras de carbono que tienen una longitud superior a 5 mm, se puede obtener una lámina que tengan un excelente equilibrio de propiedades mecánicas y resistencia al impacto. Además, cuando la cantidad de fibras de carbono que tiene una longitud superior a 5 mm es del 75% en masa o menos, ya que se inhibe la expansión en la dirección del espesor, se puede lograr una mejora en la productividad y una reducción de huecos. Al incorporar 1,0% en masa o más de fibras de carbono que tienen una longitud de menos de 2 mm, se mejora la fluidez en el momento del moldeo. Además, cuando la cantidad de fibras de carbono que tiene una longitud de menos de 2 mm es del 25% en masa o menos, se logra un excelente equilibrio de propiedades mecánicas y resistencia al impacto. En el presente documento, una relación de masa de fibra de carbono representa la relación de una longitud ponderada promedio de la fibra, tomando la masa de las fibras de carbono como 100%.

60 También se prefiere que las fibras de carbono contenidas en la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención comprendan del 50% en masa al 70% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud superior a 5 mm y 1,0% en masa hasta 10% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud de menos de 2 mm. Al controlar la distribución de la longitud de la fibra en este intervalo, se obtienen propiedades mecánicas superiores y de resistencia al impacto.

65

Los ejemplos de un método para medir las longitudes de las fibras de carbono incluyen, pero no se limitan particularmente a, un método en el que la superficie de una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono se observa bajo un microscopio para medir las longitudes de las fibras de carbono; y un método en el que la resina de matriz de una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono se disuelve usando un disolvente que disuelve solo la resina de matriz y las fibras de carbono restantes se separan por filtración y se miden bajo un microscopio (método de disolución). En los casos en que no se dispone de disolventes para disolver la resina de matriz, por ejemplo, un método en el que solo la resina de matriz se quema en un intervalo de temperatura en el que las fibras de carbono no se reducen en peso por oxidación y las fibras de carbono se aíslan y miden de este modo bajo un microscopio (método de quemado) puede ser empleado. La medición se puede hacer seleccionando al azar 400 fibras de carbono, midiendo sus longitudes hasta el orden de micrómetros bajo un microscopio óptico y luego determinando la relación de las respectivas longitudes medidas.

Además, en los casos en que las fibras de carbono utilizadas en la presente invención se cortan por adelantado, la longitud de corte se selecciona apropiadamente teniendo en cuenta la longitud ponderada promedio de la fibra de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono resultante. Los ejemplos de un método de corte incluyen un método que usa un cortador de cartucho y un método que usa un cortador de guillotina; sin embargo, el método de corte no está particularmente restringido y se selecciona adecuadamente teniendo en cuenta la precisión dimensional, la trabajabilidad, la productividad y similares.

En la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención, es importante que las fibras de carbono se dispersen en forma de fibras individuales. Un caso en el que las fibras de carbono se dispersan en forma de fibras individuales se refiere a una condición en la que una pluralidad de fibras de carbono individuales adyacentes no son paralelas entre sí en la dirección longitudinal ni en contacto entre sí. Cuando una pluralidad de fibras de carbono individuales adyacentes son paralelas y están en contacto entre sí, se dice que las fibras de carbono individuales tienen forma de haces. Cuando hay una gran cantidad de fibras de carbono en forma de haz, dado que el área interfacial entre las fibras de carbono y la resina de matriz se reduce, las propiedades mecánicas y la resistencia al impacto se ven afectadas. Además, la eficiencia de impregnación de la resina de matriz se reduce, de modo que se generan huecos y se deterioran las propiedades mecánicas.

El estado de dispersión de las fibras de carbono se evalúa prácticamente por el grado de dispersión de las fibras. El término "grado de dispersión de fibra" significa la relación numérica de fibras de carbono individuales (b) que tienen un ángulo de contacto bidimensional de 1° o mayor, cuyo ángulo de contacto bidimensional está formado por una fibra de carbono individual (a) y una fibra de carbono individual (b) en contacto con la fibra de carbono individual (a) y medida en el lado de un ángulo agudo de 0° a 90° .

En la presente invención, una condición en la que las fibras de carbono se dispersan en forma de fibras individuales está representada por un grado de dispersión de fibras del 90% o más. Cuando las fibras de carbono no se dispersan en forma de fibras individuales, es decir, cuando el grado de dispersión de la fibra de carbono es inferior al 90%, dado que hay un gran número de fibras de carbono en forma de haz, el área interfacial entre las fibras de carbono y la resina de matriz se reduce y esto conduce al deterioro de las propiedades mecánicas y la resistencia al impacto. Además, la eficiencia de impregnación de la resina de matriz se reduce, de modo que se generan huecos y se deterioran las propiedades mecánicas. En un estado de dispersión más preferido de las fibras de carbono, el grado de dispersión de la fibra es del 96% o superior.

En el presente documento, los ángulos de contacto bidimensionales de las fibras de carbono usadas para determinar el grado de dispersión de las fibras se calculan mediante el siguiente método. Después de seleccionar aleatoriamente 100 fibras de carbono individuales (a), el ángulo de contacto bidimensional se mide para todas las fibras de carbono individuales (b) que están en contacto con las fibras de carbono individuales (a). El ángulo de contacto se mide en el lado de un ángulo agudo de 0° a 90° y, a partir del número total de fibras de carbono individuales (b) para las cuales se midió el ángulo de contacto bidimensional, la relación de las fibras de carbono individuales (b) se calcula que tiene un ángulo de contacto inferior a 1° .

Además, aunque no existe una restricción particular en la parte en la que se miden los ángulos de contacto bidimensionales de las fibras de carbono, la medición se realiza cerca del centro de un artículo moldeado en la medida de lo posible, evitando la parte del borde, preferiblemente utilizando la protuberancia, nervadura y partes en las que el espesor del artículo moldeado no cambia.

Los ejemplos de un método para medir específicamente los ángulos de contacto bidimensionales de las fibras de carbono en una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono incluyen, pero no se limitan a, un método en el que se observan fibras de carbono en la superficie de una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono. En este caso, se prefiere exponer las fibras moliendo la superficie de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono porque esto facilita la observación de las fibras de carbono. Otro ejemplo es un método en el que se usa la transmisión de luz a través de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono para observar la orientación de las fibras de carbono. En este caso, se prefiere cortar en láminas finas la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono porque esto facilita la observación de las fibras de carbono. Otro ejemplo más es un método en el que la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono se observa con transmisión CT de rayos X y se toma

una imagen de la orientación de las fibras de carbono. En los casos en que las fibras de carbono tienen alta radiolucidez, se prefiere mezclar las fibras de carbono con fibras trazadoras o recubrir las fibras de carbono anticipadamente con un agente marcador, porque dicho tratamiento facilita la observación de las fibras de carbono.

5 El método para dispersar las fibras de carbono en forma de fibras individuales no está particularmente restringido y sus ejemplos incluyen un método para obtener un material base de fibra de carbono en forma de tela no tejida mediante un método seco o húmedo de elaboración de papel, un método de secado por aspersion o similares. Además, en este material base de fibra de carbono, pueden mezclarse fibras orgánicas, un compuesto orgánico o un compuesto inorgánico o las fibras de carbono pueden sellarse con otro componente o adherirse con un componente de resina de matriz.

10 Para mejorar la dispersión de las fibras de carbono, como métodos secos, se pueden ejemplificar un método para proporcionar una barra de apertura de fibra, un método de hacer vibrar una barra de apertura de fibra, un método de refinar las aberturas de una tarjeta y un método de ajustar la velocidad de rotación de la tarjeta. Además, como métodos húmedos, se pueden ejemplificar un método para aumentar la velocidad de rotación de un aparato de agitación en el momento de dispersar las fibras de carbono, un método para reducir la cantidad de fibras de carbono cargadas a la vez y un método para inhibir el flujo de vórtice en el momento de la transferencia de un líquido de dispersión. Además, para disponer de forma plana las fibras de carbono, como métodos secos, se pueden ejemplificar un método en el que se usa electricidad estática para acumular fibras de carbono, un método que usa un flujo de aire regulado y un método para ajustar la velocidad de extracción del transportador. Como métodos húmedos, se pueden ejemplificar un método para prevenir la reagrupación de fibras de carbono dispersas usando una onda ultrasónica o similar y un método para ajustar la velocidad de filtración. Estos métodos no están particularmente restringidos y pueden lograrse también controlando otras condiciones de producción mientras se verifica el estado del material base de fibra de carbono.

25 En la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención, desde el punto de vista de la isotropía de las propiedades mecánicas, se prefiere que la frecuencia relativa del intervalo de 30 ° en la distribución de frecuencias de los ángulos de orientación bidimensionales de las fibras de carbono tenga un valor máximo de 0,25 o menor y un valor mínimo de 0,090 o mayor. La frecuencia relativa del intervalo de 30 ° en la distribución de frecuencia de los ángulos de orientación bidimensionales de las fibras de carbono es un índice que indica la distribución de los ángulos de orientación bidimensionales de las fibras de carbono en la superficie de un artículo moldeado.

35 En la presente invención, los valores máximo y mínimo de la frecuencia relativa del intervalo de 30 ° en la distribución de frecuencia de los ángulos de orientación bidimensionales de las fibras de carbono se determinan mediante el siguiente método. Primero, se seleccionan al azar 400 fibras de carbono y se establece arbitrariamente una línea recta de referencia como referencia angular. Luego, se miden todos los ángulos formados por la dirección de orientación de cada fibra de carbono seleccionada con respecto a la línea recta de referencia (en lo sucesivo, simplemente denominados como "ángulos de orientación bidimensionales α_i "). El ángulo de orientación bidimensional α_i se define como un ángulo de 0 ° hasta menor que 180 °, que se mide en sentido contrario a las manecillas del reloj con respecto a la línea recta de referencia. Utilizando los valores de los ángulos de orientación bidimensionales α_i de 400 fibras de carbono con respecto a una línea de referencia, se preparó una distribución de frecuencia relativa del intervalo de 30 ° de los ángulos de orientación bidimensionales de las fibras de carbono, y sus valores máximo y mínimo se definieron como los valores máximo y mínimo de la frecuencia relativa del intervalo de 30 ° en la distribución de frecuencia de los ángulos de orientación bidimensionales de las fibras de carbono, respectivamente.

45 Mientras el número de fibras de carbono que se va a seleccionar aleatoriamente es de 400 o más, no hay sustancialmente ningún cambio en los valores máximo y mínimo de la frecuencia relativa del intervalo de 30 ° en la distribución de frecuencias de los ángulos de orientación bidimensional de las fibras de carbono. Además, aunque no existe una restricción particular sobre la parte en la que se miden los valores máximo y mínimo de la frecuencia relativa del intervalo de 30 ° en la distribución de frecuencia de los ángulos de orientación bidimensionales de las fibras de carbono, la medición se realiza cerca del centro de un artículo moldeado en la medida de lo posible, evitando la parte del borde, preferiblemente usando la protuberancia, la nervadura y las partes en las que el espesor del artículo moldeado no cambia. Una condición en la que los valores máximo y mínimo de la frecuencia relativa del intervalo de 30 ° en la distribución de frecuencias de los ángulos de orientación bidimensionales de las fibras de carbono son 0,17 significa que las fibras de carbono de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono están completamente orientados al azar.

60 Los ejemplos de un método para medir específicamente los ángulos de orientación bidimensionales en una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono incluyen un método en el que se observa la orientación de las fibras de carbono en la superficie de una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono. En este caso, se prefiere exponer las fibras moliendo la superficie de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono porque esto facilita la observación de las fibras de carbono. Otro ejemplo es un método en el que la luz que se transmite a través de una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono se usa para observar la orientación de las fibras de carbono. En este caso, se prefiere cortar en láminas finas la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono porque esto facilita la observación de las fibras de carbono. Otro ejemplo más es un método en el que se observa una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono con transmisión CT de rayos X y se toma una imagen de la

orientación de las fibras de carbono. En los casos en que las fibras de carbono tienen una alta radiolucidez, se prefiere mezclar por anticipado las fibras de carbono con las fibras trazadoras o recubrir las fibras de carbono por anticipado con un agente marcador, porque dicho proceso facilita la observación de las fibras de carbono.

5 Además, para un caso en el que es difícil realizar la medición mediante el método descrito anteriormente, se ejemplifica un método en el que se observa la orientación de las fibras de carbono después de eliminar la resina de matriz de tal manera que la estructura de las fibras de carbono no se destruye. Por ejemplo, la medición puede realizarse intercalando la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono con dos mallas de acero inoxidable, fijando la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono con tornillos o similares para evitar el movimiento de la misma, quemando el componente de la resina de matriz, y luego observar el material base de fibra de carbono resultante bajo un microscopio óptico o un microscopio electrónico.

15 Las fibras de carbono usadas en la presente invención se pueden producir usando una fibra a base de poliacrilonitrilo (en lo sucesivo denominado "PAN"), fibra inclinada, rayón o similares como materia prima y, en particular, la fibra de carbono denominado PAN, que se produce a partir de una fibra a base en PAN que comprende acrilonitrilo como componente principal, tiene una excelente productividad industrial así como excelentes propiedades mecánicas. Una fibra a base de PAN generalmente se copolimeriza con un componente de monómero que promueve la reacción ignifuga y los ejemplos de dicho componente de monómero incluyen ácido itacónico, ácido acrílico y ácido metacrílico, así como ésteres de metilo, ésteres de etilo, ésteres de propilo, sales de metales alcalinos y sales de amonio de estos ácidos; y ácido ailsulfónico, ácido metilsulfónico y ácido estirenosulfónico, así como sales de metales alcalinos de estos ácidos. Como método de hilatura, preferiblemente se aplica hilatura húmeda o hilatura semihúmeda.

25 Una fibra de carbono a base de PAN de este tipo puede obtenerse mediante una etapa ignifuga de convertir una fibra a base de PAN producida por polimerización usando acrilonitrilo como componente principal en una fibra oxidada calentándola en una atmósfera entre 200 a 400 °C; y la etapa de carbonización para carbonizar la fibra oxidada calentándola a una temperatura más alta en una atmósfera inerte de nitrógeno, helio, argón o similares (en adelante, las etapas ignifugas y de carbonización se pueden denominar colectivamente como "la etapa de combustión"). En la presente invención, la temperatura de carbonización es preferiblemente de 1.200 a 2.200 °C.

30 Además, al menos un agente de encolado seleccionado del grupo que consiste en resinas a base de uretano, resinas acrílicas, resinas de base epóxica, resinas a base de poliamida y tensioactivos pueden adherirse a las fibras de carbono usadas en la presente invención. Al adherir uno o varios agentes de encolado a las fibras de carbono de esta manera, el haz resultante de fibras de carbono tiene una excelente facilidad de manejo y, en particular, se puede inhibir el deshilachado de las fibras al momento de cortar el haz.

35 La adición de un agente de encolado a las fibras de carbono se puede realizar sumergiendo las fibras de carbono en una denominada solución de encolado, que es una solución en la que el agente de encolado se disuelve en un disolvente o un líquido de dispersión en el que el agente de encolado se dispersa en un medio de dispersión, y posteriormente se secan las fibras de carbono resultantes. Para evitar variaciones en la cantidad del agente de encolado adherido entre las fibras de carbono individuales, se prefiere sumergir la punta ensanchada de la fibra de carbono en forma de haz en una solución de encolado.

45 La cantidad de agente de encolado a adherir a las fibras de carbono es preferiblemente del 0,1 al 5% en masa, más preferiblemente del 0,5 al 3% en masa, con respecto a la cantidad de las fibras de carbono. Al controlar la cantidad de agente de encolado en este intervalo, se logra un haz de fibra de carbono que tiene un excelente equilibrio de la capacidad de procesamiento en el corte y la propiedad de drapeado.

50 Además, dentro de un intervalo en el que los efectos de la presente invención no se ven afectados negativamente, las fibras de carbono descritas anteriormente también se pueden usar en combinación con una fibra metálica tal como una fibra de aluminio, latón o acero inoxidable; una fibra de vidrio; una fibra inorgánica compuesta de carbono de silicio, nitruro de silicio o similares; y/o una fibra orgánica compuesta de aramida, PBO, sulfuro de polifenileno, poliéster, acrílico, nailon, polietileno o similares.

55 En la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención, la adhesividad entre las fibras de carbono y la resina de matriz está representada por la resistencia al corte interfacial (en lo sucesivo, denominado como "IFSS") y, cuando la adhesividad es alta, la IFSS muestra un valor alto. Para lograr propiedades mecánicas satisfactorias y de resistencia al impacto, es importante que la IFSS sea de 5,50 MPa a 10,5 MPa. Cuando la IFSS es inferior a 5,50 MPa, las propiedades mecánicas son insuficientes. Mientras tanto, cuando la IFSS excede los 10,5 MPa, la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono muestra un comportamiento de fractura frágil y tiene una resistencia al impacto insuficiente.

60 Se describirán ahora los detalles de la evaluación de IFSS. Al realizar la evaluación, se hizo referencia al documento 2 que no es de patente. Primero, se retira una fibra individual de 20 cm de longitud de un haz de fibra de carbono. Luego, se preparan dos películas de polipropileno de 150 µm de espesor con un tamaño de 20 cm × 20 cm y la fibra individual removida se dispone linealmente en una de las películas de polipropileno. La otra película de polipropileno se lamina sobre ella de tal manera que la fibra individual descrita anteriormente se intercala y el producto resultante

se comprime a 200 °C durante 3 minutos bajo una presión de 0,5 MPa para preparar una muestra en la que la fibra individual se embebe en polipropileno. La muestra así obtenida se corta para obtener una pieza de prueba de 0,2 mm de espesor, 10 mm de ancho y 70 mm de longitud, en la que la fibra individual está embebida en el centro. Se preparan un total de 10 piezas de prueba de la misma manera que se describió anteriormente.

Utilizando un dispositivo de prueba de tracción ordinario, las piezas de prueba obtenidas de este modo se someten a una prueba de tracción a una velocidad de deformación de 0,5 mm/min con la longitud de prueba ajustada a 25 mm. Cuando ya no se produce la rotura de la fibra individual, las longitudes de todos los fragmentos de la fibra individual se miden con un microscopio de transmisión y se calcula su promedio para determinar la longitud promedio de la fibra de rotura (1). La IFSS (τ) se calcula utilizando las siguientes ecuaciones.

$$\tau = (\sigma_f \cdot d) / (2 \cdot l_c)$$

$$l_c = (4/3) \cdot l$$

- τ : IFSS (resistencia al corte interfacial) (unidad: MPa)
- l : longitud promedio de rompimiento de fibra descrita anteriormente (unidad: μm)
- σ_f : resistencia a la tracción de una fibra individual (unidad: MPa)
- d : diámetro de la fibra de carbono individual (unidad: μm)

El σ_f se determina mediante el siguiente método, asumiendo que la distribución de resistencia a la tracción de las fibras de carbono se ajusta a la distribución de Weibull. Es decir, la fibra individual sola se somete a una prueba de tracción sin ser embebida en polipropileno y, a partir de los valores de la resistencia a la tracción promedio obtenida a longitudes de muestra de 5 mm, 25 mm y 50 mm, la relación entre la longitud de la muestra y la resistencia a la tracción promedio se determina mediante el método de mínimos cuadrados para calcular la resistencia a la tracción promedio con una longitud de muestra de l_c .

La resina de matriz utilizada en la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención comprende un polipropileno y un polipropileno modificado con ácido. El polipropileno no está particularmente restringido siempre que sea el llamado polipropileno no modificado, y no solo un polipropileno de tipo homo sino también un polipropileno de tipo bloque en el que puede usarse polipropileno que esta copolimerizado en bloque con polietileno u otra poliolefina en la presente invención.

En la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención, desde el punto de vista de la adhesión interfacial, se prefiere que el contenido de polipropileno modificado con ácido en la resina de matriz sea del 0,1% en masa al 5% en masa. Cuando el contenido de polipropileno modificado con ácido es de 0,1% en masa o mayor, se obtienen excelentes propiedades mecánicas. Además, cuando el contenido de polipropileno modificado con ácido es del 5% en masa o menos, la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono no muestra un comportamiento de fractura frágil y tiene una excelente resistencia al impacto.

El polipropileno modificado con ácido no está particularmente restringido y sus ejemplos incluyen polipropilenos modificados con ácido acrílico y polipropilenos modificados con anhídrido maleico.

Los ejemplos de productos comercialmente disponibles de polipropileno modificado con ácido incluyen POLYBOND 1001 y POLYBOND 1002 (fabricados por Crompton Corp.), que son polipropilenos modificados con ácido acrílico; y QE510 (fabricado por Mitsui Chemicals, Inc.), que es un polipropileno modificado con anhídrido maleico.

La lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención tiene un contenido de volumen de fibra (V_f) preferiblemente de 10 a 40%, más preferiblemente de 20 a 30%. Al controlar el contenido de volumen de fibra en este intervalo, se puede obtener una lámina que contiene solo una pequeña cantidad de huecos y tiene un excelente equilibrio de propiedades mecánicas y de resistencia al impacto. Además, cuando el contenido de volumen de fibra está en este intervalo, se logra una excelente utilización de la resistencia de la fibra y un excelente efecto de reducción de peso por el costo.

En la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención, dependiendo del uso previsto de la misma, por ejemplo, una carga tal como mica, talco, caolín, sericita, bentonita, xonotlita, sepiolita, esmectita, montmorillonita, wollastonita, sílice, carbonato de calcio, perlas de vidrio, escamas de vidrio, micro globos de vidrio, arcilla, disulfuro de molibdeno, óxido de titanio, óxido de zinc, óxido de antimonio, polifosfato de calcio, grafito, sulfato de bario, sulfato de magnesio, borato de zinc, borato de calcio, bigotes de borato de aluminio, bigotes de titanato de potasio o un compuesto macromolecular; un agente que imparte conductividad, tal como un agente metálico que imparte conductividad a base de óxido metálico, negro de humo o polvo de grafito; un retardante de llama a base de halógeno tal como una resina bromada; un retardante de llama a base de antimonio tal como trióxido de antimonio o pentóxido de antimonio; un retardante de llama a base de fósforo tal como polifosfato de amonio, fosfato aromático o fósforo rojo; un retardante de llama a base de una sal metálica de ácido orgánico tal como un organoborato metálico, un carboxilato metálico o una sal metálica de sulfonimida aromática; un retardante de llama inorgánico tal como borato

de zinc, zinc, óxido de zinc o un compuesto de circonio; un retardante de llama a base de nitrógeno tal como ácido cianúrico, ácido isocianúrico, melamina, cianurato de melamina, fosfato de melamina o nitruro de guanidina; un retardante de llama a base de flúor tal como PTFE; un retardante de llama a base de silicona tal como poliorganosiloxano; un retardante de llama a base de hidróxido metálico tal como hidróxido de aluminio o hidróxido de magnesio; otro retardante de llama; un auxiliar retardante de llama tal como óxido de cadmio, óxido de zinc, óxido cuproso, óxido cúprico, óxido ferroso, óxido férrico, óxido de cobalto, óxido de manganeso, óxido de molibdeno, óxido de estaño u óxido de titanio; un pigmento, un colorante, un lubricante, un agente desmoldante; un agente compatibilizante; un dispersante; un agente nucleante tal como mica, talco o caolín; un plastificante tal como éster de ácido fosfórico; un estabilizador de calor; un antioxidante, un inhibidor de color; un absorbente ultravioleta; un modificador de fluidez; un agente espumante; un agente antibacteriano; un agente reductor de vibraciones; un desodorizante; un modificador de deslizamiento; y/o también se puede incorporar un agente antiestático tal como amida de éster poliésterico.

Se obtiene un artículo moldeado moldeando la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de la presente invención.

Desde el punto de vista de las propiedades mecánicas, el artículo moldeado de la presente invención tiene preferiblemente una relación de huecos de 3% o menos. La relación de huecos de un artículo moldeado se mide mediante el siguiente método. Se corta una porción del artículo moldeado y se mide su densidad (ρ_c) de acuerdo con el método A (método de sustitución bajo el agua) prescrito en la sección 5 de JIS K7112 (1999). A partir de la densidad así obtenida (ρ_c) del artículo moldeado y la densidad (ρ_r) de la resina de matriz, la relación de huecos (V_v) del artículo moldeado se determina usando la siguiente ecuación.

$$V_v = (1 - \rho_c/\rho_r) \times 100 \text{ (unidad: \% en volumen)}$$

Aunque no existe una restricción particular por parte de un artículo moldeado en el que se mide la relación de huecos (V_v), la medición se realiza cerca del centro del artículo moldeado en la medida de lo posible, evitando la parte del borde, preferiblemente usando la protuberancia, la nervadura y las partes en las que el espesor del artículo moldeado no cambia.

El método de moldeo no está particularmente restringido; sin embargo, se prefiere el moldeo a presión. Además, el tipo de moldeo a presión se puede seleccionar de acuerdo con el artículo moldeado que se va a obtener. En el presente documento, el "moldeo a presión" es un método para obtener un artículo moldeado sometiendo un laminado de láminas de polipropileno reforzado con fibra de carbono a deformación tal como flexión, cizallamiento y compresión con el uso de una máquina de procesamiento, molde, herramienta, otro accesorio para moldear, material subsidiario y similares, y ejemplos del modo de moldeo a presión incluyen extracción profunda, rebordeado, corrugado, rizado de bordes y forjado de moldes. Además, entre una variedad de métodos de moldeo por prensado existentes, por ejemplo, se prefiere un método de autoclave que a menudo se usa para producir un componente moldeado de un avión grande y un método de prensado de moldes que tiene etapas relativamente simples como método de moldeo a presión. Desde el punto de vista de la instalación, la cantidad de energía que se utilizará en la etapa de moldeo, la simplificación de los accesorios de moldeo, los materiales subsidiarios y similares que se utilizarán y el grado de libertad en términos de presión y temperatura de moldeo, es más preferible emplear un método de prensado de moldes en el que el moldeo se realiza utilizando un molde metálico.

Como método de prensado de moldes, se puede emplear un método de prensado en caliente en el que una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono está dispuesta en un molde por anticipado y se obtiene un artículo moldeado aplicando presión y calor junto con la sujeción del molde y posteriormente enfriando la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono enfriando el molde mientras se continúa sujetando el molde; o moldeo por estampación en el que una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono se calienta por adelantado a una temperatura igual o mayor que el punto de fusión de su resina de matriz utilizando un dispositivo de calentamiento tal como un calentador de infrarrojo lejano, una placa caliente, un horno de alta temperatura o un calentador dieléctrico y, con la resina de matriz en estado fundido o ablandado, la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono está dispuesta en un molde que debe ser una superficie inferior del molde de moldeo y se el molde luego se cierra por sujeción, seguido de prensado y enfriamiento. El método de moldeo a presión no está particularmente restringido; sin embargo, desde el punto de vista de acelerar el ciclo de moldeo para aumentar la productividad, se prefiere el moldeo por estampación.

La presión aplicada en el molde de prensado no está particularmente restringida; sin embargo, desde el punto de vista de lograr una buena conformación de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono, la presión aplicada es preferiblemente 1 MPa o más, más preferiblemente 3 MPa o más. El límite superior de la presión aplicada no está particularmente restringido; sin embargo, desde el punto de vista de inhibir la rotura de las fibras de carbono durante el moldeo, está preferiblemente en el intervalo de 100 MPa o menos.

Desde el punto de vista de enfriar suficientemente el laminado precalentado de láminas de polipropileno reforzado con fibra de carbono, se prefiere controlar que la temperatura de la superficie del molde no sea superior al punto de fusión o al punto de reblandecimiento de la resina de matriz. Desde el punto de vista de facilitar la liberación del molde para

acortar el ciclo de moldeo, se prefiere controlar que la temperatura del molde sea inferior al punto de fusión o al punto de reblandecimiento de la resina de matriz en no menos de 30 °C, más preferiblemente no menos de 50 °C.

Los ejemplos de la aplicación del artículo moldeado de la presente invención incluyen: elementos de instrumentos eléctricos y electrónicos, tales como carcasas, bandejas, chasis, elementos interiores y carcasas de computadoras personales, pantallas, equipos de OA, teléfonos celulares, terminales informáticas portátil, máquinas de fax, discos compactos, MD portátiles, reproductores de radio casetes portátiles, PDA (asistentes digitales portátiles tales como organizadores electrónicos), videocámaras, videocámaras digitales, instrumentos ópticos, dispositivos de audio, aires acondicionados, equipos de iluminación, artículos recreativos, juguetes y otros electrodomésticos; ingeniería civil y piezas de construcción, tales como columnas, paneles y materiales de refuerzo; componentes de suspensiones, aceleradores y volantes, tales como varios elementos, marcos, bisagras, brazos, ejes axiales, cojinetes de ruedas, vigas, ejes de hélice, ruedas y cajas de engranajes; componentes de placas exteriores y partes de la carrocería, tales como capós, techos, puertas, guardabarros, tapas de baúl, paneles laterales, paneles de la parte trasera, paneles de la parte superior trasera, bastidores frontales y bastidores inferiores, así como varios pilares, elementos, marcos, vigas, soportes, rieles y bisagras; partes exteriores tales como parachoques, vigas de parachoques, molduras, cubiertas inferiores, cubiertas de motor, placas de corriente, alerones, rejillas de ventilación y partes aerodinámicas; partes interiores tales como paneles de instrumentos, marcos de láminas, molduras de puertas, molduras de pilares, volantes y varios módulos; partes estructurales de automóviles y vehículos de dos ruedas, tales como componentes de sistemas de combustible, sistemas de escape y admisión, incluidos componentes de motor, tanques de GNC, tanques de gasolina, bombas de combustible, entradas de aire, colectores de admisión, cuerpos principales del carburador y espaciadores del carburador, así como diversos ribetes y bombillas; otros componentes de automóviles y vehículos de dos ruedas, tales como terminales del alternador, conectores del alternador, reguladores de IC, bases de potenciómetros para atenuadores de luz, juntas de refrigerante del motor, bases de termostato de aire acondicionado, bombillas de control de flujo de aire del calentador, porta escobillas para motores de radiadores, paletas de turbina, componentes relacionados con el motor del limpiaparabrisas, distribuidores, interruptores de arranque, relés de arranque, boquillas de líquido de lavado del parabrisas, tableros de interruptores del panel del acondicionador de aire, bobinas de la válvula solenoide de combustible, bandejas de baterías, soportes AT, soportes de faros, carcasas de pedal, protectores, terminales de bocina, rotores de motor de tapas, casquillos de lámpara, reflectores de lámpara, carcasas de lámpara, pistones de freno, protectores de ruido, cubiertas de llantas de repuesto, bobinas de solenoide, filtros de aceite del motor, carcasas del sistema de encendido, placas de desgaste y fascias; y componentes de la aeronave, tales como mandriles del tren de aterrizaje, alerones, spoilers, bordes, escaleras, elevadores, carenados y nervaduras. Desde el punto de vista de las propiedades mecánicas, el artículo moldeado de la presente invención puede usarse preferiblemente en los alojamientos de instrumentos eléctricos y electrónicos, paneles para ingeniería civil y construcción, partes estructurales de automóviles y componentes de aviones. Desde el punto de vista de las propiedades mecánicas y la resistencia al impacto, el artículo moldeado de la presente invención puede usarse particularmente preferiblemente en las partes estructurales de automóviles y vehículos de dos ruedas.

Ejemplos

[Fibra de carbono (A)]

A-1: fibra de carbono basada en PAN

Se produjo un haz de fibras de carbono A-1 como sigue.

Mediante el uso de un copolímero compuesto por 99,4% en moles de acrilonitrilo (AN) y 0,6% en moles de ácido metacrílico, se obtuvo un haz de fibras acrílicas que tenía una finura de fibra única de 1,1 dtex y 24.000 filamentos mediante un método de hilado en seco-húmedo. El haz de fibras basado en PAN obtenido de este modo se calentó al aire que tenía una temperatura de 240 a 280 °C a una relación de estiramiento de 1,05 para convertirse en fibras ignífugas. Luego, después de someter las fibras ignífugas a un estiramiento del 10% a una velocidad de calentamiento de 200 °C/min bajo una atmósfera de nitrógeno en el intervalo de temperatura de 300 a 900 °C, las fibras resultantes se calentaron a 1.300 °C para ser homeadas, obteniendo así un haz de fibra de carbono. En una solución acuosa que contenía ácido sulfúrico como electrolito, el haz de fibras de carbono así obtenido se sometió a un tratamiento superficial electrolítico a 3 coulombs por gramo de fibras de carbono. Además, se añadió un agente de encolado por un método de inmersión y el haz de fibras de carbono resultante se secó en aire calentado a 120 °C para obtener un haz de fibras de carbono a base de PAN. Las propiedades físicas del haz de fibra de carbono A-1 así obtenido se muestran a continuación.

Número total de filamentos: 24.000
 Diámetro de fibra individual: 7 µm
 Masa por unidad de longitud: 0,8 g/m
 Gravedad específica: 1,8 g/cm³
 Resistencia a la tracción: 4,2 GPa
 Módulo elástico de tracción: 230 GPa
 O/C: 0,10
 Tipo de agente de encolado: polioxietylén oleil éter

Cantidad de agente de encolado añadido: 1,5% en masa

[Resina (B) utilizada en la resina de matriz]

5 B-1: polipropileno no modificado

"PRIME POLYPRO" (marca registrada) J106MG, fabricado por Prime Polymer Co., Ltd.

B-2: polipropileno modificado con anhídrido maleico

10 "ADMER" (marca registrada) QE800, fabricado por Mitsui Chemicals, Inc.

B-3: polipropileno modificado con anhídrido maleico

15 "ADMER" (marca registrada) QE510, fabricado por Mitsui Chemicals, Inc.

[Aglutinante (C)]

C-1: terminado de poli(etilenglicol)bis(3-aminopropil), fabricado por Sigma-Aldrich Japón

20 Peso molecular promedio en número: 1.500
Valor total de amina: 75 mg de KOH/g

(Ejemplo de referencia 1)

25 El polipropileno modificado con anhídrido maleico (B-2) y el polipropileno no modificado (B-1) se mezclaron en una proporción de 0,1% en masa y 99,9% en masa, respectivamente, con respecto a un total de 100% en masa, y el producto resultante se amasó por fusión en las siguientes condiciones para obtener una resina de matriz. El amasado por fusión se realizó usando una extrusora biaxial TEX-30α fabricada por Nihon Seiko Co., Ltd., que se ajustó para tener una temperatura del barril de 220 °C, un diámetro de tornillo de 30 mm y una velocidad de rotación de 150 rpm.

(Ejemplo de referencia 2)

35 Una cantidad prescrita de la resina de matriz preparada en el Ejemplo de referencia 1 se dispuso sobre una placa de acero inoxidable y otra placa de acero inoxidable se laminó sobre la misma con un espaciador de 0,10 mm insertado entre las placas. El producto resultante se mantuvo durante 5 minutos a una temperatura de prensa de 220 °C y una presión de 1 MPa y se procesó en forma de una película de 0,10 mm de espesor, 200 mm × 200 mm, obteniendo así una lámina de resina.

40 (Ejemplo de referencia 3)

Se obtuvo una resina de matriz realizando el amasado de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que el polipropileno modificado con anhídrido maleico (B-2) y el polipropileno no modificado (B-1) se mezclaron en una proporción de 3% en masa y 97% en masa, respectivamente, con respecto a un total de 100% en masa.

45 (Ejemplo de referencia 4)

Se obtuvo una lámina de resina de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 2, excepto que se usó la resina de matriz preparada en el Ejemplo de referencia 3.

50 (Ejemplo de referencia 5)

Se obtuvo una resina de matriz realizando el amasado de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que el polipropileno modificado con anhídrido maleico (B-2) y el polipropileno no modificado (B-1) se mezclaron en una proporción de 5% en masa y 95% en masa, respectivamente, con respecto a un total de 100% en masa.

55 (Ejemplo de referencia 6)

Se obtuvo una lámina de resina de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 2, excepto que se usó la resina de matriz preparada en el Ejemplo de referencia 5.

60 (Ejemplo de referencia 7)

Se obtuvo una lámina de resina de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 2, excepto que se usó el polipropileno no modificado (B-1) como la resina de matriz.

65

(Ejemplo de referencia 8)

5 Se obtuvo una resina de matriz realizando el amasado de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que la resina de polipropileno modificado con anhídrido maleico (B-2) y el polipropileno no modificado (B-1) se mezclaron en una proporción de 10% en masa y 90% en masa, respectivamente, con respecto a un total de 100% en masa.

(Ejemplo de referencia 9)

10 Se obtuvo una lámina de resina de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 2, excepto que se usó la resina de matriz preparada en el Ejemplo de referencia 8.

(Ejemplo de referencia 10)

15 Se obtuvo una lámina de resina de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 2, excepto que se usó el polipropileno modificado con anhídrido maleico (B-3) como la resina de matriz.

(Ejemplo de referencia 11)

20 Se obtuvo una resina de matriz realizando el amasado de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que el polipropileno modificado con anhídrido maleico (B-2) y el polipropileno no modificado (B-1) se mezclaron en una proporción de 1% en masa y 99% en masa, respectivamente, con respecto a un total de 100% en masa.

(Ejemplo de referencia 12)

25 Se obtuvo una lámina de resina de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 2, excepto que se usó la resina de matriz preparada en el Ejemplo de referencia 11.

[Métodos de evaluación y medición]

30 Los criterios de evaluación utilizados en los ejemplos a continuación son los siguientes.

(1) Medición de la longitud ponderada promedio de la fibra (L_w) de las fibras de carbono contenidas en la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono

35 Se cortó una porción del artículo moldeado en cuestión y la resina de matriz se disolvió suficientemente en un disolvente para disolver la resina de matriz. Luego, mediante una operación conocida tal como filtración, las fibras de carbono se separaron de la resina de matriz. En los casos en los que no se disponía de disolventes para la resina de matriz, se cortó una porción del artículo moldeado y se calentó durante 30 minutos a una temperatura de 500 °C para quemar la resina de matriz, separando así las fibras de carbono. Posteriormente, 400 de las fibras de carbono así separadas se extrajeron al azar y sus longitudes se midieron en el orden de micrómetros bajo un microscopio óptico o microscopio electrónico de barrido y los valores medidos se definieron como las longitudes de las fibras respectivas. La longitud ponderada promedio de la fibra (L_w) se determinó mediante la siguiente ecuación.

45
$$L_w = \sum(L_i \times W_i)$$

- L_i : longitud promedio de fibra ($i = 1, 2, 3, \dots, 400$) (unidad: mm)
- W_i : fracción de masa de fibras de carbono que tiene la longitud de fibra L_i ($i = 1, 2, 3, \dots, 400$) (unidad: % en masa)

50 Además, los números de fibras de carbono que tienen una longitud de 2 mm o menos, de 2 mm a menos de 5 mm y de 5 mm o más se contaron y multiplicaron con las respectivas fracciones de masa para evaluar la distribución de masa de la longitud de fibra.

(2) Cálculo del grado de dispersión de fibra

55 Una porción de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono en cuestión se corta para obtener una pieza de prueba y esta pieza de prueba se embebe en una resina epóxica. La superficie de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono se rectifica a una profundidad de 100 μm desde la superficie para preparar una pieza de prueba para observación.

60 La pieza de prueba así obtenida para la observación de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono se observa bajo un microscopio óptico y se seleccionan aleatoriamente 100 fibras de carbono (a) individuales. Para todas las fibras de carbono (b) individuales en contacto con las fibras de carbono (a) individuales, el ángulo de contacto bidimensional se mide en el lado de un ángulo agudo de 0 ° a 90 °. A partir del número total de fibras de carbono individuales cuyo ángulo de contacto bidimensional se midió, se calculó la relación de las fibras de carbono individuales que tienen un ángulo de contacto bidimensional de menos de 1 °.

$$P = n/N \times 100 \text{ (unidad: \%)}$$

- P: grado de dispersión de fibra
- n: Número de fibras de carbono individuales que tienen un ángulo de contacto inferior a 1°
- N: número total de fibras de carbono individuales cuyo ángulo de contacto se midió

El grado de dispersión de fibra (P) se evaluó con base en los siguientes criterios. Las evaluaciones de A y B son satisfactorias y la evaluación de C no es satisfactoria.

- A: El grado de dispersión de fibra fue del 96% o superior.
- B: El grado de dispersión de fibra fue del 90% hasta menos del 96%.
- C: El grado de dispersión de fibra fue inferior al 90%.

(3) Evaluación de IFSS

Para los detalles de la evaluación, se hizo referencia al documento 2 que no es de patente. De un haz de fibra de carbono al que se adhirió un polímero (met)acrílico, se removió una sola fibra de 20 cm de longitud. Luego, se prepararon dos películas de resina obtenidas en los ejemplos de referencia respectivos y la fibra individual removida se dispuso linealmente en una de las películas de resina. La otra película de resina se laminó sobre ella de tal manera que la fibra individual descrita anteriormente se intercaló y el producto resultante se prensó a 200°C durante 3 minutos a una presión de 0,5 MPa para preparar una muestra en la que la fibra individual estaba embebida en la resina. La muestra así obtenida se cortó para obtener una pieza de prueba de 0,2 mm de espesor, 10 mm de ancho y 70 mm de longitud, en la que la fibra individual se embebió en el centro. Se prepararon un total de 10 piezas de prueba de la misma manera que se describió anteriormente.

Utilizando un dispositivo de prueba de tracción ordinario, las piezas de prueba obtenidas de este modo se sometieron a una prueba de tracción a una tasa de deformación de 0,5 mm/min con la longitud de prueba ajustada a 25 mm. Cuando ya no se produjo la rotura de la fibra individual, las longitudes de todos los fragmentos de la fibra individual se midieron bajo un microscopio de transmisión y se calculó el promedio de las mismas para determinar la longitud promedio de rompimiento de fibra (1).

La IFSS (τ) se calculó usando las siguientes ecuaciones.

$$\tau = (\sigma_f \cdot d) / (2 \cdot l_c)$$

$$l_c = (4/3) \cdot l$$

- τ : IFSS (resistencia al corte interfacial) (unidad: MPa)
- l: longitud promedio de rompimiento de fibra descrita anteriormente (unidad: μm)
- σ_f : resistencia a la tracción de una fibra individual (unidad: MPa)
- d: diámetro de la fibra de carbono individual (unidad: μm)

La σ_f se determinó mediante el siguiente método, suponiendo que la distribución de resistencia a la tracción de las fibras de carbono se ajusta a la distribución de Weibull. Es decir, utilizando la fibra individual antes de la adhesión del polímero (met)acrílico, se determinó la resistencia a la tracción del mismo en cada longitud de muestra de 5 mm, 25 mm y 50 mm de acuerdo con JIS R7606. Específicamente, el haz de fibras de carbono en cuestión se dividió sustancialmente por igual en cuatro haces y se tomaron muestras de 100 fibras individuales secuencialmente de los cuatro haces. En el presente documento, el muestreo se realizó de manera uniforme de la totalidad de cada haz tanto como fue posible. Las fibras individuales así muestreadas se fijaron en un tablero perforado con un adhesivo. El tablero perforado sobre el cual se fijaron las fibras individuales se montó luego en un medidor de tracción y se realizó una prueba de tensión a una tasa de deformación de 1 mm/min con un tamaño de muestra de 100. A partir del valor así obtenido de la resistencia a la tracción promedio, se determinó la relación entre la longitud de la muestra y la resistencia a la tracción promedio mediante un método de mínimos cuadrados para calcular la resistencia a la tracción promedio a una longitud de muestra de l_c .

(4) Método de evaluación de la distribución de ángulos de orientación

Una parte de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono se cortó para obtener una pieza de prueba y esta pieza de prueba se embebió en una resina epoxídica. La superficie de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono se rectificó hasta una profundidad de 100 μm desde la superficie para preparar una pieza de prueba para observación.

La pieza de prueba así obtenida para la observación de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono se observó bajo un microscopio óptico y se seleccionaron al azar 400 fibras de carbono individuales. Luego, se establece

arbitrariamente una línea recta de referencia como una referencia angular y se miden todos los ángulos formados por la dirección de orientación de cada fibra de carbono seleccionada con respecto a la línea recta de referencia (en adelante, simplemente denominada como "ángulos de orientación α_i "). El ángulo de orientación α_i se define como un ángulo de 0 ° hasta menos de 180 °, que se midió en sentido contrario de las manecillas del reloj con respecto a la línea recta de referencia. La frecuencia relativa del intervalo de 30 ° de este ángulo de orientación α_i se determina mediante las siguientes ecuaciones.

- α_i : ángulo de orientación medido ($i = 1, 2, \dots, 400$)
- N0-30: Número de fibras de carbono de $0 \leq \text{ángulo de orientación } \alpha_i < 30$ ($i = 1, 2, \dots, 400$)
- N30-60: Número de fibras de carbono de $30 \leq \text{ángulo de orientación } \alpha_i < 60$ ($i = 1, 2, \dots, 400$)
- N60-90: Número de fibras de carbono de $60 \leq \text{ángulo de orientación } \alpha_i < 90$ ($i = 1, 2, \dots, 400$)
- N90-120: Número de fibras de carbono de $90 \leq \text{ángulo de orientación } \alpha_i < 120$ ($i = 1, 2, \dots, 400$)
- N120-150: Número de fibras de carbono de $120 \leq \text{ángulo de orientación } \alpha_i < 150$ ($i = 1, 2, \dots, 400$)
- N150-180: Número de fibras de carbono de $150 \leq \text{ángulo de orientación } \alpha_i < 180$ ($i = 1, 2, \dots, 400$)
- Valor máximo de frecuencia relativa = $\text{MAX}(N0-30, N30-60, N60-90, N90-120, N120-150, N150-180)/400$
- Valor mínimo de frecuencia relativa = $\text{MIN}(N0-30, N30-60, N60-90, N90-120, N120-150, N150-180)/400$.

Además, como una pieza de prueba para medir la distribución del ángulo de orientación de una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono, se evitó la porción del borde de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono o su artículo moldeado, y la medición se realizó cerca del centro tanto como fue posible usando la protuberancia, la nervadura y las partes en las que el espesor del artículo moldeado no cambia.

Como índice de orientación aleatoria de las fibras, se midió y evaluó el valor máximo de la frecuencia relativa en la distribución del ángulo de orientación de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono en cuestión o su artículo moldeado con base en los siguientes criterios. La evaluación de A es la más favorable, seguida de las evaluaciones de B y C en el orden mencionado.

- A: El valor máximo de la frecuencia relativa fue de 0,17 a menos de 0,22.
- B: El valor máximo de la frecuencia relativa fue de 0,22 a menos de 0,25.
- C: El valor máximo de la frecuencia relativa fue 0,25 o mayor.

Además, como otro índice de orientación aleatoria de las fibras, el valor mínimo de la frecuencia relativa en la distribución del ángulo de orientación de la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono en cuestión o su artículo moldeado se midió y evaluó con base en los siguientes criterios. La evaluación de A es la más favorable, seguida de las evaluaciones de B y C en el orden mencionado.

- A: El valor mínimo de la frecuencia relativa fue de 0,12 a 0,17.
- B: El valor mínimo de la frecuencia relativa fue de 0,090 a menos de 0,12.
- C: El valor mínimo de la frecuencia relativa fue menor a 0,090.

(5) Método para medir el contenido de masa de la fibra de carbono

Una pieza de prueba de 1 cm × 1 cm se corta de un artículo moldeado y se carga en un recipiente de vidrio de cuarzo. Este recipiente se seca al vacío durante 24 horas a una temperatura de 60 °C y, después de dejar que el recipiente se enfríe a temperatura ambiente en un desecador, se pesa la masa total de la pieza de prueba y el recipiente de vidrio de cuarzo, W_1 (g), y la masa del recipiente de vidrio de cuarzo, W_0 (g). Al dejar la pieza de prueba en el recipiente, la resina de matriz se quema al calentar el recipiente al aire a una temperatura de 500 °C durante 30 minutos. Luego, el recipiente se enfría a temperatura ambiente en una atmósfera de nitrógeno y se pesa la masa total de las fibras de carbono y el recipiente de vidrio de cuarzo, W_2 (g).

Después de los procesos descritos anteriormente, el contenido de masa de la fibra de carbono (W_f) del artículo moldeado se determina usando la siguiente ecuación.

$$W_f = 100 \times (W_2 - W_0)/(W_1 - W_0) \text{ (unidad: \% en masa)}$$

El número de mediciones fue de 5 ($n = 5$) y el valor promedio de las mismas se definió como el contenido de masa de fibra de carbono (W_f).

(6) Método para medir la densidad del artículo moldeado

La densidad (ρ_c) de un artículo moldeado se midió de acuerdo con el método A (método de sustitución bajo el agua) prescrito en la sección 5 de JIS K7112 (1999). El artículo moldeado en cuestión se cortó en un tamaño de 1 cm x 1 cm, se secó al vacío durante 24 horas a una temperatura de 60 °C y luego se enfrió a temperatura ambiente en un desecador, preparando así una pieza de prueba. Como líquido de inmersión, se empleó etanol. El número de mediciones fue de 5 ($n = 5$) y el valor promedio de las mismas se definió como la densidad (ρ_c) del artículo moldeado.

(7) Método para evaluar el contenido en volumen de fibra de carbono y la relación de huecos del artículo moldeado

5 Usando el contenido de masa de fibra de carbono (W_f) del artículo moldeado medido en (4) y la densidad (ρ_c) del artículo moldeado medido en (5), se determinaron el contenido de volumen de fibra de carbono (V_f), el contenido en volumen de la resina de matriz (V_r) y la relación de huecos (V_v) del artículo moldeado usando las siguientes ecuaciones.

$$V_f = W_f \times \rho_c / \rho_f \text{ (unidad: \% en volumen)}$$

10 $V_r = (100 - W_f) \times \rho_c / \rho_r \text{ (unidad: \% en volumen)}$

$$V_v = 100 - (V_f + V_r) \text{ (unidad: \% en volumen)}$$

- 15
- ρ_c : Densidad del artículo moldeado (unidad: g/m³)
 - ρ_f : Densidad de fibras de carbono (unidad: g/ m³)
 - ρ_r : Densidad de la resina de matriz (unidad: g/ m³)
 - W_f : contenido en masa de fibra de carbono del artículo moldeado (unidad: \% en masa)

20 La relación de huecos (V_v) del artículo moldeado se evaluó con base en los siguientes criterios. La evaluación de A es la más favorable, seguida de las evaluaciones de B y C en el orden mencionado.

- A: La relación de huecos fue inferior al 3%.
 B: La relación de huecos fue del 3% hasta menos del 10%.
 C: La relación de huecos fue del 10% o superior.

25 (8) Evaluación de la resistencia a la flexión del artículo moldeado

La resistencia a la flexión de un artículo moldeado se evaluó de acuerdo con el estándar de ASTM D-790.

30 De cada uno de los artículos moldeados obtenidos en los Ejemplos y Ejemplos comparativos, se cortó una pieza de prueba de flexión de 80 ± 1 mm de longitud y $25 \pm 0,2$ mm de ancho en las cuatro direcciones de 0° , $+45^\circ$, -45° y 90° , tomando una dirección arbitraria como la dirección 0° . Para cada dirección, el número de mediciones fue de 5 ($n = 5$) y el promedio de todos los valores medidos se definió como la resistencia a la flexión.

35 Utilizando el probador universal "INSTRON" (marca registrada) Modelo 4201 (fabricado por Instron Co., Ltd.) como un aparato de prueba, el intervalo de soporte se ajustó a 51,2 mm con un dispositivo de flexión de 3 puntos (diámetro de penetración: 10 mm, diámetro del punto de soporte: 10 mm) y la resistencia a la flexión se midió a una velocidad de cruceta de 1,37 mm/min. Las piezas de prueba respectivas se probaron en una condición en la que las piezas de prueba tenían un contenido de humedad del 0,1% en masa o menos, la temperatura atmosférica era de 23°C y la humedad era del 50% en masa.

40 La resistencia a la flexión de cada artículo moldeado se evaluó con base en los criterios que se describen a continuación.

45 Los criterios de evaluación se establecieron de acuerdo con el contenido en volumen de CF.

La resistencia a la flexión de un artículo moldeado que tiene una V_f del 10% se evaluó con base en los siguientes criterios en los que las evaluaciones de D y peores se consideraron insatisfactorias.

- 50
- A: La resistencia a la flexión fue de 250 MPa o superior.
 - B: La resistencia a la flexión fue de 200 MPa hasta menos de 250 MPa.
 - C: La resistencia a la flexión fue de 150 MPa hasta menos de 200 MPa.
 - D: La resistencia a la flexión fue de 100 MPa hasta menos de 150 MPa.
 - E: La resistencia a la flexión fue de menos de 100 MPa.

55 La resistencia a la flexión de un artículo moldeado que tiene una V_f del 20% se evaluó con base en los siguientes criterios en los que las evaluaciones de D y peores se consideraron como insatisfactorias.

- 60
- A: La resistencia a la flexión fue de 300 MPa o superior.
 - B: La resistencia a la flexión fue de 250 MPa hasta a menos de 300 MPa.
 - C: La resistencia a la flexión fue de 200 MPa hasta menos de 250 MPa.
 - D: La resistencia a la flexión fue de 150 MPa hasta menos de 200 MPa.
 - E: La resistencia a la flexión fue de menos de 150 MPa.

ES 2 781 831 T3

La resistencia a la flexión de un artículo moldeado que tiene una V_f del 30% se evaluó con base en los siguientes criterios en los que las evaluaciones de D y peor se consideraron como insatisfactorios.

- 5 A: La resistencia a la flexión fue de 350 MPa o superior.
B: La resistencia a la flexión fue de 300 MPa hasta menos de 350 MPa.
C: La resistencia a la flexión fue de 250 MPa hasta menos de 300 MPa.
D: La resistencia a la flexión fue de 200 MPa hasta menos de 250 MPa.
E: La resistencia a la flexión fue de menos de 200 MPa.

10 La resistencia a la flexión de un artículo moldeado que tiene una V_f del 40% se evaluó con base en los siguientes criterios donde las evaluaciones de D y peor se consideraron como insatisfactorios.

- 15 A: La resistencia a la flexión fue de 350 MPa o superior.
B: La resistencia a la flexión fue de 300 MPa hasta menos de 350 MPa.
C: La resistencia a la flexión fue de 250 MPa hasta menos de 300 MPa.
D: La resistencia a la flexión fue de 200 MPa hasta menos de 250 MPa.
E: La resistencia a la flexión fue de menos de 200 MPa.

20 (9) Evaluación del coeficiente de variación de la resistencia a la flexión

Usando los valores de la resistencia a la flexión (σ_b) y la desviación estándar de la misma (s_b), el coeficiente de variación (CV_b) de la resistencia a la flexión se determina utilizando la siguiente ecuación.

$$CV_b = s_b/\sigma_b \times 100 \text{ (unidad: \%)}$$

25 El coeficiente de variación (CV_b) de la resistencia a la flexión se evaluó con base en los siguientes criterios. La evaluación de A es la más favorable, seguida de las evaluaciones de B y C en el orden mencionado.

- 30 A: El coeficiente de variación de la resistencia a la flexión fue menor al 4%.
B: El coeficiente de variación de la resistencia a la flexión fue del 4% hasta menos del 10%.
C: El coeficiente de variación de la resistencia a la flexión fue del 10% o mayor.

(10) Evaluación de la resistencia al impacto Izod (con muesca) del artículo moldeado

35 La resistencia al impacto Izod (con muesca) de un artículo moldeado se evaluó de acuerdo con el estándar ASTM D256.

40 De cada uno de los artículos moldeados obtenidos en los Ejemplos y Ejemplos comparativos, se cortó una pieza de prueba para la prueba de resistencia al impacto Izod, que tenía una longitud de 62 ± 1 mm, un ancho de $12,7 \pm 0,15$ mm y una muesca de $22,5^\circ \pm 0,5^\circ$ y $0,25 \pm 0,05$ R en las cuatro direcciones de 0° , $+45^\circ$, -45° y 90° , tomando una dirección arbitraria como la dirección 0° . Para cada dirección, el número de mediciones fue 5 ($n = 5$) y el promedio de todos los valores medidos se definió como la resistencia al impacto Izod (con muesca). Las piezas de prueba respectivas se probaron en una condición en la que las piezas de prueba tenían un contenido de humedad del 0,1% en masa o menos, la temperatura atmosférica era de 23°C y la humedad era del 50% en masa.

45 Los criterios de evaluación se establecieron de acuerdo con el contenido en volumen de CF.

50 La resistencia al impacto Izod (con muesca) de un artículo moldeado que tiene una V_f del 10% se evaluó con base en los siguientes criterios en los que las evaluaciones de D y peores se consideraron insatisfactorias.

- A: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 400 J/m o más.
B: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 300 J/m hasta menos de 400 J/m.
C: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 200 J/m hasta menos de 300 J/m.
D: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 100 J/m hasta menos de 200 J/m.
55 E: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de menos de 100 J/m.

La resistencia al impacto Izod (con muesca) de un artículo moldeado que tiene una V_f del 20% se evaluó con base en los siguientes criterios en los que las evaluaciones de D y peores se consideraron insatisfactorias.

- 60 A: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 400 J/m o más.
B: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 300 J/m hasta menos de 400 J/m.
C: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 200 J/m hasta menos de 300 J/m.
D: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 100 J/m hasta menos de 200 J/m.
E: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de menos de 100 J/m.

65

ES 2 781 831 T3

La resistencia al impacto Izod (con muesca) de un artículo moldeado que tiene una V_f del 30% se evaluó con base en los siguientes criterios en los que las evaluaciones de D y peores se consideraron insatisfactorias.

- 5 A: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 600 J/m o más.
B: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 500 J/m hasta menos de 600 J/m.
C: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 400 J/m hasta menos de 500 J/m.
D: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 300 J/m hasta menos de 400 J/m.
E: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de menos de 300 J/m.

10 La resistencia al impacto Izod (con muesca) de un artículo moldeado que tiene una V_f del 40% se evaluó con base en los siguientes criterios en los que las evaluaciones de D y peores se consideraron insatisfactorias.

- 15 A: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 600 J/m o más.
B: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 500 J/m hasta menos de 600 J/m.
C: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 400 J/m hasta menos de 500 J/m.
D: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de 300 J/m hasta menos de 400 J/m.
E: La resistencia al impacto Izod (con muesca) fue de menos de 300 J/m.

20 (11) Evaluación del coeficiente de variación de la resistencia al impacto Izod

Usando los valores de la resistencia al impacto Izod (E) y la desviación estándar de la misma (s_e), se determinó el coeficiente de variación (CV_i) de la resistencia al impacto Izod usando la siguiente ecuación.

$$CV_i = s_e/E \times 100 \text{ (unidad: \%)}$$

25 El coeficiente de variación (CV_i) de la resistencia al impacto Izod se evaluó con base en los siguientes criterios. La evaluación de A es la más favorable, seguida de las evaluaciones de B y C en el orden mencionado.

- 30 A: El coeficiente de variación de la resistencia al impacto Izod fue menor al 4%.
B: El coeficiente de variación de la resistencia al impacto Izod fue del 4% hasta menos del 10%.
C: El coeficiente de variación de la resistencia al impacto Izod fue del 10% o mayor.

(Ejemplo 1)

35 En un recipiente cilíndrico que tenía un diámetro interno de 300 mm, se cargaron 8 g de un tensioactivo (polietilenglicol lauril éter, fabricado por Nacalai Tesque, Inc.), y se vertió agua del grifo en el recipiente cilíndrico hasta un volumen combinado de 8 L, obteniendo así una solución tensioactiva acuosa al 0,1% en masa. En esta solución tensioactiva acuosa, se cargaron 6,87 g de fibras de carbono (A-1), que se cortaron a una longitud de 6 mm usando un cortador de cartucho, y la solución acuosa resultante se agitó durante 10 minutos usando un agitador uniaxial. Después de
40 confirmar que las fibras de carbono estaban suficientemente dispersas, una varilla de agitación equipada con una malla metálica en la punta se movió hacia arriba y hacia abajo tres veces más o menos en la solución acuosa de manera que las fibras, que habían estado orientadas concéntricamente debido a la rotación del agitador, se orientaron al azar. La solución acuosa se sometió luego a un tratamiento de deshidratación y se secó a una temperatura de 140 °C durante 10 minutos para obtener un artículo laminado de las fibras de carbono. El artículo laminado así obtenido
45 tenía la forma de un círculo que tenía un diámetro de 300 mm y tenía un peso base de 100 g/m².

A continuación, en cada una de las superficies superior e inferior del artículo laminado así obtenido de las fibras de carbono, se laminó una lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 4. El laminado resultante en el que el artículo laminado se intercaló en un total de dos láminas de resina se colocó sobre una placa de herramientas de acero inoxidable y se prensó durante 5 minutos a una temperatura de prensado de 220 °C y una presión de 5 MPa, obteniendo así una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono. La lámina de resina descrita anteriormente se ajustó para tener un contenido en volumen de fibra de carbono del 20%. Además, el espesor del material de moldeo en forma de lámina se ajustó a 0,27 mm usando un separador de 0,27 mm.

55 La lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono así obtenida se cortó a un tamaño de 200 mm x 200 mm y se laminó en 12 capas. El laminado resultante se colocó en un molde de placa de prensado (200 mm x 200 mm) y se moldeó a presión durante 5 minutos a una temperatura de prensado de 220 °C y una presión de 5 MPa usando una máquina de prensado. Posteriormente, mientras se mantenía el laminado presionado por la máquina de prensado, se permitió que el laminado se enfriara naturalmente a una temperatura ambiente de 25 °C para obtener un artículo
60 moldeado. En el presente documento, el espesor del artículo moldeado se ajustó a 3,2 mm usando un separador de 3,2 mm. El artículo moldeado así obtenido se cortó en un tamaño prescrito y se evaluó.

(Ejemplo 2)

ES 2 781 831 T3

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 2 se usó en lugar de la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 4)

5 (Ejemplo 3)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 6 se usó en lugar de la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 4)

10 (Ejemplo 4)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que las fibras de carbono (A-1) se cortaron a una longitud de 5,5 mm en lugar de 6 mm.

15 (Ejemplo 5)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que las fibras de carbono (A-1) se cortaron a una longitud de 5 mm en lugar de 6 mm.

20 (Ejemplo 6)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que las fibras de carbono (A-1) se cortaron a una longitud de 2 mm en lugar de 6 mm.

25 (Ejemplo 7)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que las fibras de carbono (A-1) se cortaron a una longitud de 20 mm en lugar de 6 mm.

30 (Ejemplo 8)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que la lámina de resina se ajustó para tener un contenido en volumen de fibra de carbono del 10%.

35 (Ejemplo 9)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que la lámina de resina se ajustó para tener un contenido en volumen de fibra de carbono del 30%.

40 (Ejemplo 10)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que la lámina de resina se ajustó para tener un contenido en volumen de fibra de carbono del 40%.

45 (Ejemplo 11)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que un artículo laminado en el que las fibras de carbono se orientaron concéntricamente se obtuvieron agitando la solución tensioactiva acuosa en la que las fibras de carbono (A-1) se cargaron, durante 10 minutos usando el agitador uniaxial y se sometieron directamente a la solución acuosa resultante para deshidratación y tratamiento.

60 (Ejemplo 12)

Se obtuvo un artículo moldeado de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono se moldeó a una presión de 0,8 MPa en lugar de 5 MPa.

65 (Ejemplo 13)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una solución tensioactiva acuosa al 0,1% en masa en una cantidad de 6 L en lugar de 8 L.

5 (Ejemplo 14)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 12 se usó en lugar de la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 4)

10 (Ejemplo 15)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 2, excepto que las fibras de carbono (A-1) se cortaron a una longitud de 5,5 mm en lugar de 6 mm.

15 (Ejemplo 16)

Se obtuvieron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma y se evaluaron de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 2, excepto que se usó una solución tensioactiva acuosa al 0,1% en masa en una cantidad de 6 L en lugar de 8 L.

20 (Ejemplo comparativo 1)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 7 se usó en lugar de la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 2)

25 (Ejemplo comparativo 2)

Se obtuvo una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma y se evaluó de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 9 se usó en lugar de la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 2)

30 (Ejemplo comparativo 3)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que las fibras de carbono (A-1) se cortaron a una longitud de 1,3 mm en lugar de 6 mm.

35 (Ejemplo comparativo 4)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que las fibras de carbono (A-1) se cortaron a una longitud de 30 mm en lugar de 6 mm.

40 (Ejemplo comparativo 5)

Se obtuvo una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma y se evaluó de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una solución tensioactiva acuosa al 0,1% en masa en una cantidad de 5 L en lugar de 8 L.

50 (Ejemplo comparativo 6)

En un recipiente cilíndrico que tenía un diámetro interno de 200 mm, se cargaron 5 g de un tensioactivo (polietilenglicol lauril éter, fabricado por Nacalai Tesque, Inc.) y se vertió agua del grifo en el recipiente cilíndrico hasta un volumen combinado de 5 L, obteniendo así una solución tensioactiva acuosa al 0,1% en masa. En esta solución tensioactiva acuosa, se cargaron 19 g de fibras de carbono (A-1), que se cortaron a una longitud de 6 mm usando un cortador de cartucho, y la solución acuosa resultante se agitó durante 10 minutos usando un agitador uniaxial. Después de confirmar que las fibras de carbono estaban suficientemente dispersas, la solución tensioactiva acuosa se mezcló varias veces de manera que las fibras se orientaron al azar. La solución acuosa se sometió luego a un tratamiento de deshidratación y se secó a una temperatura de 140 °C durante 10 minutos para obtener un artículo laminado de las fibras de carbono. El artículo laminado así obtenido tenía la forma de un círculo que tenía un diámetro de 200 mm y tenía un peso base de 600 g/m². En el presente documento, también se midió la masa de este artículo laminado de fibras de carbono, W₁' (g).

55
60
65

A continuación, el artículo laminado de fibras de carbono preparado anteriormente se sumergió durante 1 minuto en un baño líquido que contenía 50 cc de una emulsión (C-1) que se había preparado previamente como una solución al 5% en masa. Luego, el artículo laminado de fibras de carbono se sacó del baño líquido, se sometió a un tratamiento de deshidratación y se secó adicionalmente a una temperatura de 140 °C durante 10 minutos. En el presente documento, también se midió la masa del artículo laminado de fibras de carbono, W_2' (g). Cuando se calculó la cantidad agregada de (C-1), W_3' (g), utilizando la ecuación ($W_2' - W_1'$), se encontró que era de 0,8 g.

Después de eso, en cada una de las superficies superior e inferior del artículo laminado así obtenido de las fibras de carbono, se laminó una lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 10. El laminado resultante en el que el artículo laminado se intercaló en un total de dos láminas de resina se colocó luego sobre una placa de herramientas de acero inoxidable y se prensó durante 5 minutos a una temperatura de prensado de 220 °C y una presión de 5 MPa, obteniendo así una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono. La lámina de resina descrita anteriormente se ajustó para tener un contenido en volumen de fibra de carbono del 30%. Además, el espesor del material de moldeo en forma de lámina se ajustó a 1,1 mm usando un separador de 1,1 mm.

La lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono así obtenida se cortó en un tamaño de 150 mm x 150 mm y se laminó en 3 capas. El laminado resultante se colocó en un molde de placa de prensado (150 mm x 150 mm) y se moldeó a presión durante 5 minutos a una temperatura de prensado de 220 °C y una presión de 5 MPa usando una máquina de prensado. Posteriormente, mientras se mantenía el laminado presionado por la máquina de prensado, se permitió que el laminado se enfriara naturalmente a una temperatura ambiente de 25 °C para obtener un artículo moldeado. En el presente documento, el espesor del artículo moldeado se ajustó a 3,2 mm usando un separador de 3,2 mm. El artículo moldeado así obtenido se cortó en un tamaño prescrito y se evaluó.

(Ejemplo comparativo 7)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 1, excepto que la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 10 se usó en lugar de la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 4)

(Ejemplo comparativo 8)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 7, excepto que la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 10 se usó en lugar de la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 4)

(Ejemplo comparativo 9)

Se obtuvo y evaluó una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 6, excepto que la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 10 se usó en lugar de la lámina de resina preparada en el Ejemplo de referencia 4)

(Ejemplo comparativo 10)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 2, excepto que las fibras de carbono (A-1) se cortaron a una longitud de 1,3 mm en lugar de 6 mm.

(Ejemplo comparativo 11)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 3, excepto que las fibras de carbono (A-1) se cortaron a una longitud de 1,3 mm en lugar de 6 mm.

(Ejemplo comparativo 12)

Se obtuvieron y evaluaron una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 2, excepto que se usó la solución tensioactiva acuosa al 0,1% en masa en una cantidad de 5 L en lugar de 8 L.

(Ejemplo comparativo 13)

Se obtuvo una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono y un artículo moldeado de la misma y se evaluó de la misma, de la misma forma que en el Ejemplo 3, excepto que se usó la solución tensioactiva acuosa al 0,1% en masa en una cantidad de 5 L en lugar de 8 L.

Las propiedades que se midieron en los ejemplos 1 a 16 y los ejemplos comparativos 1 a 13 se resumen en las Tablas 1 a 3.

[Tabla 1]

No.	Ejemplo 1		Ejemplo 2		Ejemplo 3		Ejemplo 4		Ejemplo 5		Ejemplo 6		Ejemplo 7		Ejemplo 8	
	Valor	Evaluación	Valor	Evaluación	Valor	Evaluación	Valor	Evaluación	Valor	Evaluación	Valor	Evaluación	Valor	Evaluación	Valor	Evaluación
Longitud ponderada promedio de la fibra	mm		4,9	97	4,9	97	4,9	97	4,7	97	1,6	98	1,8	92	5,2	98
	%															
Grado de dispersión de la fibra	-	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B	A	A
Resistencia al corte interfacial (IFSS)	MPa	8,20	6,20	6,20	10,5	8,20	8,20	8,20	8,20	8,20	8,20	8,20	8,20	8,20	8,20	8,20
Cantidad de polipropileno modificado con ácido	% en masa	3	0,1	0,1	5	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
	% en masa															
Distribución de longitud de fibra	< 2 mm	3,9	3,9	3,9	3,9	12	0,20	12	28	80	80	0,20	80	0,20	2,1	2,1
	< 5 mm	64	64	64	64	43	18	43	18	13	13	80	80	80	64	64
Distribución de los ángulos de orientación	Máximo de frecuencia relativa	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,22	0,22	0,18	0,18
	Evaluación	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B	A	A
	Mínimo de frecuencia relativa	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,11	0,11	0,15	0,15
	Evaluación	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B	A	A
Contenido en volumen de fibras de carbono	% en volumen	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	10	10
	% en volumen															
Relación de huecos	Valor	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0,4	6	6	0,3	0,3	0,3
	Evaluación (relación de huecos)	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B	A	A	A
Propiedades mecánicas	Resistencia a la flexión (Resistencia a la flexión)	MPa	252	218	218	280	230	230	211	202	202	249	249	210	210	210
	Evaluación		B	C	C	B	C	C	C	C	C	C	C	B	B	B
	CV ₆	%	1,8	1,7	2,0	2,1	1,6	1,6	1,8	1,8	1,6	4,3	4,3	2,1	2,1	2,1
	Evaluación (CV ₆)		A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B	A	A	A
	Resistencia al impacto Izod	J/m	360	533	533	260	312	312	289	220	220	380	380	280	280	280
	Evaluación		B	A	A	C	C	C	C	C	C	B	B	C	C	C
CV	%	3,1	3,0	3,0	3,2	2,9	2,9	3,0	2,6	2,6	5,2	5,2	3,1	3,1	3,1	
Evaluación (CV)		A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B	A	A	A

[Tabla 2]

Grado de dispersión de la fibra	No.		Ejemplo 9		Ejemplo 10		Ejemplo 11		Ejemplo 12		Ejemplo 13		Ejemplo 14		Ejemplo 15		Ejemplo 16	
	Valor	Evaluación	mm	%	94	820	B	81	1.8	97	4.9	A	97	4.9	97	4.7	97	4.9
Resistencia al corte interfacial (IFSS)																		
Cantidad de polipropileno modificado con ácido																		
Distribución de longitud de fibra																		
Distribución de los ángulos de orientación																		
Contenido en volumen de fibras de carbono																		
Relación de huecos																		
Propiedades mecánicas																		

[Tabla 3]

No.	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5	Ejemplo comparativo 6	Ejemplo comparativo 7	Ejemplo comparativo 8	Ejemplo comparativo 9	Ejemplo comparativo 10	Ejemplo comparativo 11	Ejemplo comparativo 12
Longitud ponderada promedio de la fibra	4,9	4,9	1,1	25	4,9	3,6	4,9	18	1,6	1,1	1,1	4,9
	97	97	99	78	85	62	97	92	98	99	99	85
Grado de dispersión de la fibra	Valor	A	A	C	C	C	A	B	A	A	A	C
Resistencia al corte interfacial (IFSS)	5,20	13,3	8,20	8,20	8,20	16,6	16,6	16,6	16,6	6,20	10,5	6,20
Cantidad de polipropileno modificado con ácido	0	10	3	3	3	100	100	100	100	0,1	5	0,1
Distribución de longitud de fibra	3,9	3,9	100	0,20	3,9	24	3,9	0,20	80	100	100	3,2
	64	64	0	98	64	26	64	80	13	0	0	65
Distribución de los ángulos de orientación	Máximo de frecuencia relativa	0,18	0,18	0,24	0,28	0,30	0,18	0,22	0,18	0,18	0,18	0,28
	Evaluación	A	A	B	C	C	A	B	A	A	A	C
	Mínimo de frecuencia relativa	0,15	0,15	0,12	0,070	0,050	0,15	0,11	0,15	0,15	0,15	0,070
Contenido en volumen de fibras de carbono	Evaluación	A	A	A	C	C	A	B	A	A	A	C
	Valor	20	20	20	20	30	20	20	20	20	20	20
Relación de huecos	1	1	0,2	20	1	1	1	6	0,4	0,2	0,2	1
	Evaluación (Relación de huecos)	A	A	C	A	A	A	B	A	A	A	A
Propiedades mecánicas	Resistencia a la flexión	140	305	180	180	190	302	298	230	163	192	170
	Evaluación (Resistencia a la flexión)	E	A	D	D	D	A	B	C	D	D	D
	CV:	1,9	2,2	0,80	4,5	12	17	2,2	2,2	2,2	0,80	0,70
Propiedades mecánicas	Evaluación (CV ₂)	A	A	A	B	C	A	A	A	A	A	C
	Resistencia al impacto Izod	520	132	140	240	310	128	130	120	130	160	380
	Evaluación	A	D	D	B	B	D	D	D	D	D	B
Evaluación (CV)	CV:	3,2	2,1	2,1	6,0	14	3,2	2,8	3,3	1,4	1,4	14
	Evaluación (CV)	A	A	A	B	C	A	A	A	A	A	C

De las Tablas 1 a 3, los siguientes son evidentes.

En los ejemplos 1, 2, 3 y 14 se alcanzó un excelente equilibrio entre la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto Izod. A continuación, en el ejemplo 1, se obtuvo un artículo moldeado que tenía un equilibrio superior de resistencia a la flexión y la resistencia al impacto Izod. Además, se obtuvo un artículo moldeado que tenía una resistencia al impacto Izod superior en los Ejemplos 2 y 14, y se obtuvo un artículo moldeado que tenía una resistencia a la flexión superior en el Ejemplo 3.

Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en el Ejemplo 1 en comparación con los Ejemplos 4, 5 y 6; y que un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod también se logró en el Ejemplo 2 en comparación con el Ejemplo 15. Esto se atribuye a que, de acuerdo con la distribución de masa de la longitud de la fibra, en los Ejemplos 1 y 2, la relación de masa de las fibras que tenían una longitud de menos de 2 mm era baja y que la de las fibras que tenían una longitud de 5 mm o más era alta.

Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en el Ejemplo 1 en comparación con el Ejemplo 7. En el Ejemplo 7, debido a que la relación de masa de las fibras que tienen una longitud de menos de 2 mm fue particularmente baja y la de las fibras que tenían una longitud de 5 mm o más era particularmente alta, la expansión del volumen durante el sobrecalentamiento fue grande, lo que condujo a una alta relación de huecos en el artículo moldeado. En consecuencia, la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto Izod se redujeron.

Los artículos moldeados de 1, 8, 9 y 10 tenían un excelente equilibrio de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod independientemente del nivel de V_f . Sin embargo, dado que el V_f del artículo moldeado del Ejemplo 8 es 10% y los valores absolutos de la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto Izod son, por lo tanto, pequeños, la aplicación del artículo moldeado del Ejemplo 8 es limitada. Además, en el artículo moldeado del Ejemplo 10, dado que los valores absolutos de la resistencia a la flexión alcanzable y la resistencia al impacto Izod son pequeños en relación con el V_f , la aplicación de los mismos también es limitada.

Se observa que el coeficiente de variación de la resistencia a la flexión y el de la resistencia al impacto Izod fueron ambos menores en el Ejemplo 1 que en el Ejemplo 11. Esto se debe a que, en el artículo moldeado del Ejemplo 1, la frecuencia relativa de los ángulos de orientación de las fibras de carbono fueron de 0,90 a 0,25. En el artículo moldeado del Ejemplo 1, dado que los ángulos de orientación de las fibras de carbono fueron aleatorios, la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto Izod fueron sustancialmente constantes independientemente de las posiciones en las que las piezas de prueba se cortaron del artículo moldeado.

Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en el Ejemplo 1 en comparación con el Ejemplo 12. Esto se debe a que la relación de huecos era baja en el artículo moldeado del Ejemplo 1. Dado que el número de huecos que sirven como punto de partida de la rotura fue pequeño, se obtuvo un artículo moldeado con alta resistencia a la flexión y alta resistencia al impacto Izod.

Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en el Ejemplo 1 en comparación con el Ejemplo 13 y el Ejemplo comparativo 5. Esto se debe a que el grado de dispersión de las fibras de carbono fue alto en el artículo moldeado del Ejemplo 1. Al permitir que las fibras de carbono se dispersen en forma de fibras individuales en el artículo moldeado, el artículo moldeado alcanzó una gran área interfacial entre las fibras de carbono y el polipropileno y una excelente resistencia al impacto Izod.

Se observa que se alcanzó un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en el Ejemplo 2 en comparación con el Ejemplo 15. Esto se atribuye a que, de acuerdo con la distribución de masa de la longitud de la fibra, en el Ejemplo 2, la relación de masa de las fibras que tenían una longitud de menos de 2 mm era baja y la de las fibras que tenían una longitud de 5 mm o más era alta.

Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en el Ejemplo 2 en comparación con el Ejemplo 16. Esto se debe a que el grado de dispersión de las fibras de carbono fue alto en el artículo moldeado del Ejemplo 2. Al permitir que las fibras de carbono se dispersen en forma de fibras individuales en el artículo moldeado, el artículo moldeado alcanzó una gran área interfacial entre las fibras de carbono y el polipropileno y una excelente resistencia al impacto Izod.

Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en los Ejemplos 1, 2, 3 y 14 en comparación con los Ejemplos comparativos 1, 2 y 7. Esto se debe a que la IFSS estaba en un nivel apropiado, no siendo ni demasiado alto ni demasiado bajo en los Ejemplos 1, 2, 3 y 14. En el Ejemplo comparativo 1, dado que la IFSS era baja a 5,20 MPa, se obtuvo un artículo moldeado que tenía una alta resistencia al impacto pero una resistencia a la flexión notablemente baja. En los Ejemplos comparativos 2 y 7, dado que la IFSS era alta a 13,3 MPa y 16,6 MPa, respectivamente, se obtuvieron artículos moldeados que tenían una alta resistencia a la flexión pero una baja resistencia al impacto Izod.

5 Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en los Ejemplos 1 y 4 a 7 en comparación con los Ejemplos comparativos 3 y 4. Esto se debe a que, en los Ejemplos 1 y 4 a 7, al mantener el efecto de refuerzo de las fibras de carbono y el control de la longitud ponderada promedio de la fibra en un intervalo en el que la capacidad de conformación no se vio afectada, se permitió que los artículos moldeados
10 tuvieran una alta resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod. En el Ejemplo comparativo 3, dado que la longitud ponderada promedio de la fibra de las fibras de carbono era corta, no se logró un efecto de refuerzo suficiente, de modo que la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto Izod se redujeron. Además, en el Ejemplo comparativo 4, dado que la longitud ponderada promedio de la fibra de las fibras de carbono era larga, la expansión del volumen durante el sobrecalentamiento fue grande y esto condujo a una alta relación de huecos en el artículo moldeado. En consecuencia, la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto Izod se redujeron.

15 Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en el Ejemplo 1 en comparación con el Ejemplo comparativo 6. Esto se debe a que, en el artículo moldeado del Ejemplo comparativo 6, las fibras de carbono estaban en forma de haces y la IFSS era alta a 16,6 MPa.

Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en el Ejemplo 7 en comparación con el Ejemplo comparativo 8. En el Ejemplo comparativo 8, ya que la IFSS era alta a 16,6 MPa, se obtuvo un artículo moldeado con una alta resistencia a la flexión pero una baja resistencia al impacto Izod.

20 Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en el Ejemplo 6 en comparación con el Ejemplo comparativo 9. En el Ejemplo comparativo 9, ya que la IFSS era alta a 16,6 MPa, se obtuvo un artículo moldeado que tenía una alta resistencia a la flexión pero una baja resistencia al impacto Izod.

25 Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en los Ejemplos 1, 2, 3 y 14 en comparación con los Ejemplos comparativos 3, 10 y 11. Esto se debe a que la longitud ponderada promedio de la fibra fue un valor apropiado en los ejemplos 1, 2, 3 y 14. En los ejemplos comparativos 3, 10 y 11, dado que la longitud ponderada promedio de la fibra era corta a 1,10 mm, no se logró un efecto de refuerzo suficiente por las fibras, de modo que se obtuvieron artículos moldeados con baja resistencia a la flexión y alta resistencia al impacto Izod.
30

Se observa que se logró un equilibrio superior de resistencia a la flexión y resistencia al impacto Izod en los Ejemplos 2 y 3 en comparación con los Ejemplos comparativos 12 y 13, respectivamente. Esto se debe a que el grado de dispersión de las fibras de carbono fue alto en los artículos moldeados de los Ejemplos 2 y 3. Al permitir que las fibras de carbono se dispersen en forma de fibras individuales en los respectivos artículos moldeados, se obtuvieron excelentes artículos moldeados que tienen una gran áreas interfacial entre las fibras de carbono y el polipropileno y una baja resistencia al impacto Izod.
35

Aplicabilidad industrial

40 La lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de acuerdo con la presente invención es adecuada para obtener un excelente artículo moldeado que tiene tanto resistencia a la flexión como al impacto. Además, en un artículo moldeado obtenido utilizando esta lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono, dado que las fibras de carbono están orientadas bidimensionalmente de manera isotrópica, el efecto de refuerzo es excelente en la dirección plana y las propiedades mecánicas tienen poca variación; por lo tanto, el artículo moldeado puede aplicarse en una amplia gama de campos industriales de, por ejemplo, elementos, partes y chasis de instrumentos eléctricos y electrónicos, robots, vehículos de dos ruedas, automóviles y aeronaves.
45

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono, que comprende fibras de carbono que tienen una longitud ponderada promedio de la fibra de 1,5 mm a 20 mm y una resina de matriz compuesta de un polipropileno y un polipropileno modificado con ácido, en la que
10 dichas fibras de carbono se dispersan en forma de fibras individuales representadas por un grado de dispersión de fibras del 90% o superior; y la resistencia al corte interfacial entre dichas fibras de carbono y dicha resina de matriz es de 5,50 a 10,5 MPa medida como se define en la descripción, en la que
15 dicha resina de matriz comprende dicho polipropileno modificado con ácido en una cantidad de 0,1 a 5% en masa.
2. La lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de acuerdo con la reivindicación 1, en la que
15 dichas fibras de carbono contenidas en la misma comprenden 20% en masa a 75% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud mayor de 5 mm y 1,0% en masa a 25% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud de menos de 2 mm.
3. La lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de acuerdo con la reivindicación 1, en la que
20 dichas fibras de carbono contenidas en la misma comprenden 50% en masa a 70% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud mayor de 5 mm y 1,0% en masa a 10% en masa de fibras de carbono que tienen una longitud de menos de 2 mm.
4. La lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1
25 a 3, en la que en la distribución de frecuencias de los ángulos de orientación bidimensionales de dichas fibras de carbono, la frecuencia relativa del intervalo de 30 °, que se define en la memoria descriptiva, tiene un valor máximo de 0,25 o menor y un valor mínimo de 0,090 o mayor.
5. La lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1
30 a 4, en la que el contenido en volumen de dichas fibras de carbono es del 10 al 40%.
6. Un artículo moldeado, obtenido moldeando la lámina de polipropileno reforzada con fibra de carbono de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.
- 35 7. El artículo moldeado de acuerdo con la reivindicación 6, en el que la relación de huecos, que se define en la memoria descriptiva, no es superior al 3%.