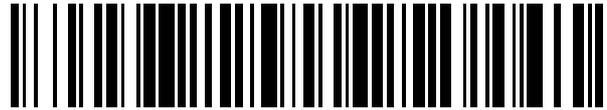


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 786 554**

51 Int. Cl.:

D04H 1/60 (2006.01)
B29C 70/50 (2006.01)
D04H 3/04 (2012.01)
D04H 3/12 (2006.01)
B29B 15/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.09.2016 PCT/EP2016/073091**
87 Fecha y número de publicación internacional: **06.04.2017 WO17055339**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.09.2016 E 16775206 (2)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.03.2020 EP 3356591**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de un producto semiacabado de matriz-fibras**

30 Prioridad:

01.10.2015 EP 15187840

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.10.2020

73 Titular/es:

**LANXESS DEUTSCHLAND GMBH (100.0%)
Kennedyplatz 1
50569 Köln, DE**

72 Inventor/es:

**BIENMÜLLER, MATTHIAS;
JOACHIMI, DETLEV;
WAMBACH, WOLFGANG y
ENDTNER, JOCHEN**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 786 554 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la fabricación de un producto semiacabado de matriz-fibras

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento, en particular procedimiento de impregnación, para la fabricación de un producto semiacabado de matriz-fibras usando microgranulados.

Estado de la técnica

- 10 En aplicaciones exigentes, tal como por ejemplo piezas moldeadas para la construcción de vehículos y aplicaciones aeronavales, son deseables materiales compuestos de fibras debido a una combinación única de bajo peso, alta resistencia y estabilidad frente a la temperatura.

- 15 Los materiales compuestos de fibras se fabrican usando un producto semiacabado que contiene material de fibras. Los productos semiacabados de fibras son preferentemente estructuras de material no tejido, materiales textiles, tejido, materiales no tejido de fibras no solidificadas y combinaciones de los mismos. Los materiales de fibras son fibras cortadas, o sea haces, hebras o hilos de múltiples filamentos de filamentos o bien fibras sinfín o fibras largas dispuestos de manera paralela. Para la fabricación de estructuras de material compuesto de fibras, también denominadas productos semiacabados de matriz-fibras, se impregnan estos productos semiacabados de fibras o bien los materiales de fibras contenidos en los mismos con una composición de resina polimérica. El procedimiento que va a usarse a este respecto preferentemente es actualmente la impregnación de polvo.

- 20 En el caso de la impregnación de polvo se aplica la composición de resina polimérica, que va a usarse para la matriz del producto semiacabado de matriz-fibras, en forma de polvo sobre los materiales de fibra o bien el producto semiacabado de fibras. La aplicación del polvo se realiza preferentemente mediante dispersión, escurrimiento, impresión, inyección, pulverización, inyección térmica o proyección a la llama, o mediante procedimientos de revestimiento de lecho fluidizado. A continuación se someten los productos semiacabados de fibras cargados de polvo o bien revestidos con polvo a un termoprensado, impregnándose y consolidándose las fibras largas o fibras sinfín en el producto semiacabado de fibras a ser posible completamente.

- 30 Las estructuras de material compuesto de material de fibras a base de fibras de carbono, también denominadas como fibras de carbono, son especialmente interesantes, dado que precisamente las fibras de carbono conducen a propiedades mecánicas muy buenas en productos semiacabados de matriz-fibras y a los productos que van a fabricarse a partir de los mismos.

- 35 Cuando ya la impregnación de fibras de vidrio es un factor crítico en la fabricación de productos semiacabados de matriz-fibras, entonces puede ser especialmente difícil la impregnación de material de fibras de fibras de carbono con polímeros termoplásticos. Esto se aplica en particular para material de fibras con alto peso por unidad de superficie, o con el uso de polímeros polares debido a la baja polaridad de fibras de carbono.

- 40 Los procedimientos actuales con el uso de composiciones de polímero molidas tienen además el inconveniente de una proporción de polvo alta. Ésta hace necesario procesos de separación por succión energéticamente costosos durante la fabricación de los productos semiacabados de matriz-fibras, lo que conduce a carga del medioambiente y a costes más altos. Deben eliminarse los residuos de polvo filtrados. La proporción de polvo conduce además a una carga de polvo elevada del aire en las naves de fabricación, lo que puede ser inquietante con respecto a aspectos de higiene del trabajo (exposición de los trabajadores) y el riesgo de explosiones de gas de polvo. Las composiciones de polímero molidas se preparan mediante molienda. Por regla general se realiza esto a bajas temperaturas mediante un procedimiento de molienda criogénico, por ejemplo mediante enfriamiento con nitrógeno líquido y posterior molienda mecánica. También este proceso de molienda es muy costoso energéticamente y caro. Además existe un alto riesgo de que durante la molienda (condensación de la humedad del aire mediante bajas temperaturas) o después de esto la composición de polímero molida absorba humedad debido al aumento considerable de la superficie del material a moler. La humedad conduce, con el uso de polímeros, a una calidad inferior (baja calidad de la superficie, peores propiedades mecánicas) del producto semiacabado de matriz-fibras debido a la degradación de polímero y la formación de gas de la humedad.

- 55 La molienda de composición de polímero es además una etapa de proceso adicional, en la que existe el riesgo de que se produzcan en este caso impurificaciones indeseadas con repercusiones correspondientemente desventajosas sobre el producto semiacabado de matriz-fibras o bien sus propiedades. Las impurificaciones en el material a moler pueden producirse además cuando la composición de polímero se transporta para la molienda a otras empresas y allí se usan los molinos usados en alternancia para los más diversos materiales.

- 60 Existe por tanto un alto interés en optimizar por un lado la manipulación de la composición de polímero que va a usarse como polímero de matriz sin embargo también el proceso de impregnación así como la consolidación que tiene lugar de manera paralela o que sigue a la impregnación en el proceso de fabricación de productos semiacabados de matriz-fibras, en particular aquéllos a base de fibras de carbono.

Por el documento US 2014/008018 A1 se conoce un procedimiento para la fabricación de sustancias impregnadas y artículos de materiales compuestos, en el que se impregna un material de fibras con una composición de poliamida en forma de partículas, por ejemplo en forma de perlas o microperlas, mediante aplicación por fusión parcial de las partículas. En una forma de realización puede contener la composición de poliamida una resina de novolaca.

El documento DE 2558200 A1 describe un procedimiento para la fabricación de productos preimpregnados a base de resinas sintéticas libres de disolventes, preferentemente duroplásticas. Finalmente por el documento EP 0 062179 A1 se conocen también estructuras solidificadas de materiales textiles a base de resinas de melamina-formaldehído.

El objetivo de la presente invención era mejorar el procedimiento de impregnación de polvo para la fabricación de productos semiacabados de matriz-fibras en el sentido de que la composición de polímero necesaria durante la aplicación sobre el material de fibras conduce a un desarrollo de polvo lo más bajo posible, sin alterar el proceso de impregnación o la consolidación de ninguna manera.

El objetivo de la presente invención era además mejorar el procedimiento de impregnación de polvo para la fabricación de productos semiacabados de matriz-fibras en el sentido de que se produzca una impregnación mejorada de las fibras y / o una consolidación mejorada.

En una forma de realización especialmente preferente debe ser posible facilitar de esta manera productos semiacabados de matriz-fibras de una sola capa. De acuerdo con los documentos WO 2008 / 058971 A1 y WO 2010 / 132 335 A1 conducen concretamente los procedimientos del estado de la técnica a productos semiacabados de matriz-fibras, que pueden distinguir una estructura de capas con la observación lateral de una superficie de corte por un producto semiacabado de matriz-fibras de este tipo. A este respecto se diferencia la composición de resina de matriz, que encapsula e incrusta el producto semiacabado textil para formar con éste una red interpenetrante de material fibroso, de la composición de resina de superficie. O bien esta última está libre de material de fibras o contiene tal como en el documento WO 2010 / 132 335 A1 otra composición de polímero. Se vuelve especialmente evidente la estructura estratificada en el documento WO 2012 / 132 399 A1, que dentro de un producto semiacabado de matriz-fibras diferencia una composición de resina de superficie y una composición de resina de matriz una de otra. Finalmente describe también el documento WO 2012 / 058 379 A1 en la parte de los ejemplos la estructura estratificada de material compuestos de láminas.

Sin embargo, justamente una estructura estratificada de productos semiacabados de matriz-fibras, puede repercutir desventajosamente en la estabilidad de un producto, como consecuencia de la producción de una deslaminación en el caso de sollicitación mecánica. Partiendo de este estado de la técnica, el objetivo de la presente invención consistía en facilitar productos semiacabados de matriz-fibras, que en comparación con el estado de la técnica, adicionalmente a los objetivos definidos ya anteriormente, no presentaran ninguna tendencia, o al menos una tendencia considerablemente reducida a la deslaminación.

La capacidad de tener una sola capa en el sentido de la presente invención se caracteriza además por la interacción de las características de las capas de productos semiacabados de fibras, el grado de impregnación, el grado de consolidación, el contenido en volumen de fibras y el contenido de aire o gas. Es característico que el gradiente de distribución del contenido de fibras en un corte por un producto semiacabado de matriz-fibras de una sola capa está casi invariable, preferentemente se modifica desde la superficie hasta el centro en como máximo el 5 %, preferentemente en como máximo el 3 %.

Por impregnación se entiende de acuerdo con la invención la humectación de todas las fibras con la composición de polímero. La consolidación designa la exprimición del aire incluido. El proceso de la impregnación y la consolidación depende entre otras cosas de los parámetros temperatura, presión y tiempo. Ambas propiedades, el grado de impregnación y la consolidación, pueden medirse o bien comprobarse mediante la determinación de valores característicos mecánicos en el producto semiacabado de matriz-fibras obtenido, en particular mediante medición de la resistencia a la tracción en probetas de producto semiacabado de matriz-fibras. Para la determinación de la resistencia a la tracción sirve el ensayo de tracción, un procedimiento de prueba cuasiestático, destructivo, en el caso de plásticos según la norma ISO 527-4 o -5.

Invención

El objetivo de la presenta invención es un procedimiento para la fabricación de un producto semiacabado de matriz-fibras que comprende

- a) facilitar al menos un material de fibra que contiene fibras sinfín,
- b) facilitar una composición de polímero en forma de un microgranulado con un tamaño de grano promedio que va a determinarse por medio de análisis de tamizado en seco de acuerdo con la norma DIN 53477 en el intervalo de 0,01 a 3 mm,

c) aplicar el microgranulado sobre el material de fibra,

d) impregnar y consolidar el material de fibra con la composición de polímero para dar un material compuesto mediante acción de temperaturas \geq de la temperatura de fusión del al menos un polímero y presión sobre el material de fibra cargado con el microgranulado,

e) enfriar con obtención de la estructura de material compuesto, en el que el microgranulado presenta una densidad aparente de 200 a 1.800 g/l, que se determina según la norma EN ISO 60 y un contenido de humedad residual no superior al 0,3 % en peso con respecto al peso total y el contenido de agua residual se determina por medio de termobalanza por medio de muestras de un peso en el intervalo de aprox. 1 a 5 g, determinándose el peso de partida, secándose las muestras a 160 °C durante un periodo de 20 minutos y determinándose la pérdida de peso, y se obtiene el microgranulado mediante mezclado de los componentes individuales de la composición de polímero en al menos una herramienta de mezclado, descarga de la mezcla como cordón, enfriamiento del cordón hasta obtener la capacidad de granulación y granulación del mismo, y el material de fibra es un tejido y como composición de polímero se usa una de al menos poliamida 6 o poliamida 66.

El procedimiento de impregnación para la fabricación de un producto de matriz de fibras comprende

a) facilitar al menos un material de fibra, preferentemente de un material de fibra que contiene fibras sinfín,

b) facilitar una composición de polímero en forma de un microgranulado,

c) aplicar el microgranulado sobre el material de fibra,

d) impregnar y consolidar el material de fibra con la composición de polímero para dar un material compuesto mediante acción de temperaturas \geq de la temperatura de fusión del al menos un polímero y presión sobre el material de fibra cargado con el microgranulado, y

e) enfriar con obtención de la estructura de material compuesto,

en el que un microgranulado representa un mineral en bruto granulado, cuyas partículas individuales presentan más o menos un tamaño de grano unitario y se designan como granos de granulado, granallas o pellets y éstos presentan un tamaño de grano promedio que va a determinarse por medio de análisis de tamizado en seco de acuerdo con la norma DIN 53477 en el intervalo de 0,01 a 3 mm.

Un procedimiento de impregnación para la fabricación de un producto semiacabado de matriz-fibras de una sola capa comprende también

a) facilitar un material de fibra en forma de 1 a 100 capas de producto semiacabado de fibras de fibras sinfín, preferentemente de 2 a 40 capas de producto semiacabado de fibras de fibras sinfín, de manera especialmente preferente de 2 a 10 capas de producto semiacabado de fibras de fibras sinfín, con en cada caso un gramaje en el intervalo de 5 g/m² a 3000 g/m², preferentemente en el intervalo de 100 g/m² a 900 g/m², de manera especialmente preferente en el intervalo de 150 g/m² a 750 g/m²,

b) facilitar una composición de polímero en forma de un microgranulado, en el que la composición de polímero presenta una velocidad de flujo volumétrico de masa fundida MVR según la forma ISO 1133 en el intervalo de 50 cm³/10 min a 500 cm³/10 min, de manera especialmente preferente en el intervalo de 50 cm³/10 min a 300 cm³/10 min, de manera muy especialmente preferente en el intervalo de 100 cm³/10 min a 200 cm³/10 min con una carga de 5 kg y una temperatura de 260 °C,

c) aplicar el microgranulado sobre la totalidad de todas las capas de producto semiacabado de fibras,

d) impregnar y consolidar la totalidad de todas las capas de producto semiacabado de fibras con la composición de polímero para dar un material compuesto mediante acción de temperaturas \geq de la temperatura de fusión de la composición de polímero y presión sobre la totalidad de todas las capas de producto semiacabado de fibras solicitadas con el microgranulado,

e) enfriar o bien solidificar con obtención de la estructura material compuesto con una proporción en volumen definida según la norma DIN 1310 de materiales de fibra en el intervalo del 25 al 65 %, preferentemente en el intervalo del 30 al 55 %, de manera especialmente preferente en el intervalo del 40 al 50 %, y una proporción en volumen que va a determinarse mediante determinación de densidad según la norma DIN EN ISO 1183, de aire o gas inferior al 10 %, preferentemente inferior al 5 %,

en el que un microgranulado representa un mineral en bruto granulado, cuyas partículas individuales presentan más o menos un tamaño de grano unitario y se designan como granos de granulado, granallas o pellets y éstos presentan un tamaño de grano promedio que va a determinarse por medio de análisis de tamizado en seco de

acuerdo con la norma DIN 53477 en el intervalo de 0,01 a 3 mm.

5 Exponiéndose al menos un material de fibras con una composición de polímero en forma de un microgranulado a calor y presión, se realiza una impregnación y a continuación o sin embargo al mismo tiempo una consolidación de las fibras con la composición de polímero que va a usarse y se obtiene un producto semiacabado de matriz-fibras en forma de una estructura de material compuesto con evitación de los inconvenientes mencionados anteriormente.

10 Para la aclaración se tiene en cuenta que todas las definiciones y parámetros expuestos, mencionados en general o en intervalos de preferencia están comprendidos en combinaciones discrecionales. Las normas citadas en el contexto de esta solicitud son válidas en la versión vigente en la fecha de presentación de esta solicitud. Una composición de polímero en el sentido de la presente invención es una composición que contiene al menos un polímero.

15 De acuerdo con la invención pueden prepararse sin embargo también estructuras de material compuesto proyectadas por encima o recubiertas por extrusión con masas de moldeo por inyección, añadiéndose o bien durante la consolidación o en una etapa de procedimiento adicional refuerzos, preferentemente estructuras de refuerzo en forma de nervios, o elementos funcionales mediante moldeo por inyección en la estructura de material compuesto.

20 Definición de términos

25 El experto entiende por un granulado/microgranulado un mineral en bruto granulado, cuyas partículas individuales presentan más o menos un tamaño de grano unitario y se designan como granos de granulado, granallas o pellets. Mientras que con el término genérico granulado se designan tamaños de grano promedio en el intervalo de 0,1 a 50 mm, se usa el término microgranulado así también en el sentido de la presente invención para tamaños de grano promedio en el intervalo de 0,01 a 3 mm. El término granulado o bien microgranulado se refiere a la forma y tamaño del producto final y no a su procedimiento de preparación. Las partículas aún más pequeñas se designan como polvos y se han definido en la norma EN 481. En la comparación con el polvo molido, en el caso del microgranulado no se produce ningún polvo, se minimizan cargas electrostáticas y se reduce considerablemente el riesgo de explosiones durante el procesamiento. Los microgranulados pueden transportarse por medio de dispositivos de succión y pueden contribuir a un llenado más rápido del molde previsto para el procesamiento y con ello a la reducción de costes en procesos de producción.

35 La velocidad de flujo volumétrico de masa fundida MVR según la norma ISO 1133 se determina en el contexto de la presente invención por medio de un reómetro capilar, fundiéndose el material (granulado o polvo) en un cilindro que puede calentarse y se presiona con una presión producida mediante la carga de revestimiento por una boquilla definida (capilar). Se determina el volumen o bien la masa que sale de la masa fundida polimérica - del denominado material extruido - como función del tiempo. Una ventaja esencial de la velocidad de flujo volumétrico de masa fundida se encuentra en la medición sencilla del recorrido del émbolo con diámetro de émbolo conocido para la determinación del volumen de masa fundida que ha salido. La unidad para la MVR es $\text{cm}^3/10 \text{ min}$.

40 Los términos usados en la presente descripción "sobre", "con" o "aproximadamente" deben significar que la magnitud o el valor mencionado tras esto puede ser el valor concreto o un valor aproximadamente igual. La expresión debe mediar que valores similares conduzcan a resultados o efectos equivalentes de acuerdo con la invención y se comprenden conjuntamente por la invención.

45 Una "fibra" en el sentido de la presente invención es un cuerpo macroscópicamente homogéneo con alta relación de longitud con respecto a su superficie de sección transversal. La sección transversal de fibra puede ser una forma discrecional, sin embargo por regla general es redonda u ovalada.

50 De acuerdo con "<http://de.wikipedia.org/wiki/Faser-Kunststoff-Verbund>" se diferencian fibras cortadas, también designadas como fibras cortas, con una longitud en el intervalo de 0,1 a 1 mm, fibras largas con una longitud en el intervalo de 1 a 50 mm y fibras sinfín con una longitud $L > 50 \text{ mm}$. Las longitudes de fibras pueden determinarse por ejemplo mediante microtomografía computarizada de rayos X ($\mu\text{-CT}$); conferencia DGZfP 2007 - ponencia 47.

55 Los productos semiacabados de matriz-fibras que van a fabricarse de acuerdo con la invención contienen fibras sinfín. En una forma de realización pueden contener éstos además también fibras largas. Las fibras sinfín se usan como fibras cortadas o tejido y consiguientemente en los productos que van a fabricarse a partir de esto los máximos valores de rigidez y resistencia. El término usado en el contexto de la presente invención "material de fibra" significa un material, que o bien se encuentra como producto semiacabado de fibras y preferentemente se selecciona del grupo de tejido, tela incluyendo tela multiaxial, géneros bordados, trenzados, material no tejido, fieltro, y esterapas, o sin embargo el material de fibra son cordones de fibra unidireccionales. Además, el material de fibra significa una mezcla o una combinación de dos o más de estos productos semiacabados de fibra o bien cordones de fibra unidireccionales mencionados.

65 Para la fabricación de productos semiacabados de fibra están unidas entre sí las fibras que van a usarse de manera que al menos una fibra o un cordón de fibra toca al menos otra fibra u otro cordón de fibra, para formar un material

continuo. O sin embargo, las fibras usadas para la fabricación de productos semiacabados de fibra se tocan entre sí de manera que se forma una estera continua, tejido, material textil o estructura similar.

5 El término "gramaje" designa la masa de un material dependiendo de la superficie y se refiere en el contexto de la presente invención a la capa de fibra seca. El gramaje se determina según la norma DIN EN ISO 12127.

10 El número de hilos en un haz de hilos o cable es útil en la definición de un tamaño de fibra de carbono. Los tamaños habituales son 12.000 (12k) filamentos por haz de fibras o 50000 (50k) filamentos por haz de fibras. El número de hilos se determina según la norma DIN EN 1049-2 o bien ISO 7211-2.

15 "Impregnado" significa en el sentido de la presente invención que la composición de polímero penetra en las cavidades y espacios huecos del material de fibra o bien producto semiacabado de fibra y humedece el material de fibra. "Consolidado" en el sentido de la presente invención significa que en la estructura de material compuesto se encuentra una proporción de aire inferior al 10 % en volumen. La impregnación (humectación del material de fibra mediante la composición de polímero) y consolidación (minimización de la proporción de gases incluidos) pueden llevarse a cabo y / o realizarse al mismo tiempo y / o sucesivamente.

Etapa de procedimiento a)

20 El **material de fibra** que va a proporcionarse en la etapa de procedimiento a) es un material de fibra que contiene fibras sinfín. Preferentemente comprende el término material de fibra la totalidad de todas las capas de producto semiacabado de fibra compuesto de fibras sinfín. En una forma de realización puede contener el material de fibra que va a usarse de acuerdo con la invención adicionalmente a las fibras sinfín aún fibras largas con longitudes en el intervalo de 1 a 50 mm.

25 Preferentemente, el material de fibra que va a usarse de acuerdo con la invención no contiene fibras trituradas o partículas, en particular no contiene fibras cortas con una longitud en el intervalo de 0,1 a 1 mm.

30 El material de fibra que va a usarse es un tejido.

Preferentemente se usan materiales de fibra compuestos de fibras de vidrio y/o fibras de carbono, de manera especialmente preferente de fibras de vidrio.

35 Preferentemente, el material de fibra de fibras de carbono es un tejido con un gramaje superior o igual a 150 g/m².

Preferentemente, el material de fibra de fibras de vidrio es un tejido. Preferentemente, el material de fibra de fibras de vidrio tiene un gramaje superior o igual a 200 g/m², de manera especialmente preferente superior o igual a 300 g/m².

40 En una forma de realización de la invención se usan combinaciones de material de fibra de fibras de carbono y material de fibra de fibras de vidrio. Se prefieren combinaciones de material de fibra o bien productos semiacabados de fibra que contienen en las capas exterior fibras de carbono y en al menos una capa interior fibras de vidrio.

45 Preferentemente, un producto semiacabado de matriz-fibras que va a fabricarse de acuerdo con la invención contiene varias capas de materiales de fibra, que se impregnan con una o varias composiciones de polímero en forma de microgranulado.

50 Preferentemente se encuentra el contenido de materiales de fibra en el producto semiacabado de matriz-fibras que va a fabricarse de acuerdo con la invención en el intervalo del 40 al 75 por ciento en peso, de manera especialmente preferente en el intervalo del 65 al 75 por ciento en peso.

Etapa de procedimiento b)

55 De acuerdo con la invención se usa poliamida 6 [n.º CAS 25038-54-4] o poliamida 66 [n.º CAS 32131-17-2]. En particular, de manera especialmente preferente se usa poliamida 6. La poliamida 6 o poliamida 66 que va a usarse de acuerdo con la invención puede obtenerse, por ejemplo, por Lanxess Deutschland GmbH, Köln con la denominación Durethan®. La caracterización de las poliamidas usada en el contexto de la presente solicitud corresponde a la norma EN ISO 1874-1:2010, indicando la(s) primera(s) cifra(s) el número de átomos de C de la diamina de partida y la(s) última(s) cifra(s) el número de átomos de C del ácido dicarboxílico. Si se indica solamente un número, tal como en el caso de la poliamida 6, entonces esto significa que se ha partido de un ácido α,ω -amino-carboxílico o bien de la lactama derivada del mismo, en el caso de la poliamida 6 por tanto de la ϵ -caprolactama.

65 Son especialmente adecuadas poliamidas con una viscosidad en solución relativa en m-cresol en el intervalo de 2,0 a 4,0 preferentemente en el intervalo de 2,2 a 3,5, muy especialmente en el intervalo de 2,4 a 3,1. La medición de la viscosidad en solución relativa η_{rel} se realiza de acuerdo con la norma EN ISO 307. La relación del tiempo de derrame t de la poliamida disuelta en m-cresol con respecto al tiempo de derrame t (0) del disolvente m-cresol a

25 °C da como resultado la viscosidad en solución relativa de acuerdo con la fórmula $\eta_{rel} = t/t(0)$.

Son especialmente adecuadas además poliamidas con un número de grupos terminales amino en el intervalo de 25 a 90 mmol/kg, preferentemente en el intervalo de 30 a 70 mmol/kg, muy especialmente en el intervalo de 35 a 60 mmol/kg.

De manera muy especialmente preferente se usan poliamidas parcialmente cristalinas o compuestos a base de éstas como composición de polímero. Las poliamidas parcialmente cristalinas tienen de acuerdo con el documento DE 10 2011 084 519 A1 una entalpía de fusión en el intervalo de 4 a 25 J/g, medida con el procedimiento DSC de acuerdo con la norma ISO 11357 en el 2º calentamiento e integración del pico de fusión. A diferencia de esto, las poliamidas amorfas poseen una entalpía de fusión inferior a 4 J/g, medida con el procedimiento DSC de acuerdo con la norma ISO 11357 en el 2º calentamiento e integración del pico de fusión.

La composición de polímero que va a usarse de acuerdo con la invención contiene al menos una sustancia de adición o un aditivo, de manera especialmente preferente al menos un aditivo del grupo de estabilizadores de luz ultravioleta, retardantes de llama, aditivos que fomentan el desarrollo, lubricantes, agentes antiestáticos, colorantes, preferentemente sustancias colorantes, pigmentos, negro de humo, agentes formadores de germen, agentes que fomentan la cristalización, cargas y otros coadyuvantes de procesamiento o sus mezclas. Estos aditivos y otras partes constituyentes pueden usarse en cantidades y en formas, tal como las conoce en general el experto, incluyendo en forma de los denominados nano-materiales, en los que al menos una dimensión de las partículas se encuentra en el intervalo de 1 a 1000 nm. Preferentemente se usan cargas con el al menos un polímero en la composición de polímero, en particular fibras de vidrio cortas.

Los aditivos se dispersan en el termoplástico de la composición de polímero. La dispersión se realiza por medio de un procedimiento de mezclado en fundido. Las herramientas de mezclado que van a usarse para un procedimiento de mezclado en fundido de este tipo son preferentemente extrusora de un solo husillo o extrusora de doble husillo o mezcladora Banbury. Los aditivos se mezclan o bien todos a la vez en una única etapa o gradualmente y entonces en la masa fundida. Durante la adición gradual de los aditivos al al menos un polímero se añade en primer lugar una parte de los aditivos al polímero y se mezcla en la masa fundida. A continuación se añaden otros aditivos y se mezclan entonces hasta que se obtiene una composición homogénea.

De manera especialmente preferente se dispersan los aditivos en el termoplástico en una etapa dispuesta previamente y se preparan mezclas. La preparación de mezclas es un término de la técnica de plástico, que se equipara con el procesamiento de plástico y describe el proceso de ennoblecimiento de plásticos mediante adición por mezclado de sustancias de adición (cargas, aditivos, etc.) para la optimización dirigida de los perfiles de propiedades. La preparación de mezcla se realiza preferentemente en prensas extrusoras y comprende las operaciones de procedimiento de transporte, fusión, dispersión, mezclado, desgasificación y aplicación de presión. La dispersión se realiza preferentemente por medio de un procedimiento de mezclado en fundido en al menos una herramienta de mezclado. Las herramientas de mezclado son preferentemente prensas extrusoras de un solo husillo o prensas extrusoras de doble husillo o mezcladora Banbury. Los componentes individuales de la composición de polímero se mezclan en al menos un herramienta de mezclado, preferentemente a temperaturas en el intervalo alrededor del punto de fusión de la poliamida 6 o de la poliamida 66 en la composición de polímero y se descarga como cordón. Habitualmente se enfría el cordón hasta obtener la capacidad de granulación y entonces se granula.

De acuerdo con la invención se usa la composición de polímero como microgranulado. A diferencia del estado de la técnica, el uso de una composición de polímero en forma de polvo molido, puede prescindirse en el caso de microgranulados de una etapa de mecanizado dispuesta previamente, concretamente la molienda de la composición de polímero. Antes de la molienda se encuentra la composición de polímero por regla general como granulado, copos u otras partes macroscópicas. La molienda genera calor y éste a su vez puede adherir y aglomerar el material a moler en el molino. En el estado de la técnica se recurre a que se realiza la molienda a bajas temperaturas, como molienda criogénica. El enfriamiento necesario para ello así como la propia etapa de molienda adicional encarecen el procedimiento para la preparación de productos semiacabados de matriz-fibras y conducen a otros inconvenientes.

Microgranulado

Un microgranulado en el sentido de la presente invención tiene un tamaño de grano promedio en el intervalo de 0,01 a 3 mm, de manera especialmente preferente en el intervalo de 0,1 a 2 mm y de manera muy especialmente preferente en el intervalo de 0,2 a 1,2 mm, significando el tamaño de grano promedio que la suma de las proporciones de masa de las fracciones de grano con tamaños de grano superiores al tamaño de grano promedio asciende al 50 %. De manera correspondiente asciende la suma de las proporciones de masa de las fracciones de grano con tamaños de grano inferiores o iguales al tamaño de grano promedio igualmente al 50 %. Los tamaños de grano se determinan por medio de análisis de tamizado en seco de acuerdo con la norma DIN 53477. La cantidad de material a tamizar asciende a este respecto preferentemente en cada caso a 100 g. Por el dato de tamaño de grano se entiende el diámetro equivalente de la esfera de igual volumen y éste corresponde a la anchura nominal del orificio de tamiz de análisis. A modo de ejemplo pueden usarse correspondientes máquinas de tamizado de la

empresa Karg Industrietechnik (Krailling).

5 Los microgranulados tienen preferentemente la misma forma. En una forma de realización puede usarse una mezcla de dos o más, por ejemplo tres o cuatro microgranulados, que se diferencian en relación a su forma uno de otro. Los microgranulados pueden tener por ejemplo forma de esfera o bien pueden ser elipsoides (forma de lenteja), pueden tener forma de cubo o pueden ser cilíndricos. También pueden usarse mezclas, en las que los microgranulados son de distintas masas moldeables y/o distintos tamaños de grano y/o distintas anchuras de distribución de los tamaños de grano y se diferencian uno de otro en su forma.

10 Preferentemente, los microgranulados que van a usarse de acuerdo con la invención tienen una forma cilíndrica. La relación de la altura de cilindro con respecto al diámetro de cilindro se encuentra preferentemente en el intervalo de 10 a 0,5, de manera especialmente preferente en el intervalo de 5 a 1.

15 Preferentemente, los microgranulados que van a usarse de acuerdo con la invención tienen sin embargo también una forma esférica o bien elipsoide.

20 Los microgranulados que van a usarse de acuerdo con la invención presentan una densidad aparente en el intervalo de 200 a 1800 g/l, de manera especialmente preferente en el intervalo de 500 a 1000 g/l. La determinación de la densidad aparente se realiza llenando un cilindro de medición con el microgranulado a temperatura ambiente hasta un litro y a continuación se pesa esta cantidad de microgranulado. Las densidades aparentes se determinan en el contexto de la presente invención según la norma EN ISO 60, preferentemente con un aparato medidor de la densidad aparente SMG 697 de Powtec Maschinen & Engineering GmbH, Remscheid.

25 Los microgranulados que van a usarse de acuerdo con la invención se preparan preferentemente a partir de la masa fundida de la composición de polímero: Tras la polimerización, preparación de mezcla o la fusión se encuentra el plástico en la prensa extrusora en primer lugar como masa fundida. En un procedimiento preferente se moldea ésta a través de boquillas para dar cordones y se enfrían en aire o agua. En un procedimiento especialmente preferente, a continuación un cuchillo giratorio corta los cordones en secciones cortas, que se encuentran entonces como microgranulado. Éste puede transportarse ahora en tuberías o puede envasarse en sacos u otras barricas de embalaje. En otro procedimiento preferente se moldean pequeñas gotas a partir de la masa fundida, que a continuación se enfrían y se solidifican.

35 Las composiciones de polímero que van a usarse para los microgranulados pueden contener al menos una sustancia de adición. O bien se realiza la adición de al menos una sustancia de adición en el transcurso de la fusión para la microgranulación o sin embargo la al menos una sustancia de adición se añade ya durante la preparación de la composición de polímero. Igualmente puede añadirse una parte de las sustancias de adición durante la preparación de los polímeros, otra parte de las sustancias de adición se introduce posteriormente. La introducción al menos de una sustancia de adición y/o la preparación de la composición de polímero mediante mezclado de distintos polímeros puede realizarse por ejemplo por encima de su temperatura de ablandamiento y en dispositivos de mezclado habituales tal como prensas extrusoras o amasadoras. A continuación se prensa la composición de polímero plastificada como masa moldeable mediante al menos una boquilla o placa perforada. A este respecto tiene la boquilla o tienen las perforaciones de la placa perforada un diámetro, que corresponde al diámetro posterior del microgranulado o es inferior a éste. Por regla general tiene la boquilla o tienen las perforaciones un diámetro que es más pequeño que el diámetro del microgranulado. Preferentemente se encuentra la relación del diámetro de boquilla o de perforación con respecto al diámetro del microgranulado en el intervalo de 0,5:1 a 0,8:1. Preferentemente, la descarga de la boquilla o de la placa perforada se granula bajo agua o en aire. La temperatura de la masa fundida de la composición de polímero se encuentra durante la descarga en el intervalo alrededor del punto de fusión del al menos un polímero o aproximadamente superior a esto. También es posible descargar uno, varios o una multiplicidad de cordones al mismo tiempo, enfriar éstos en agua y a continuación dividirlos para dar los microgranulados.

50 Los microgranulados que van a usarse de acuerdo con la invención se preparan preferentemente de manera directa a partir de la masa fundida, que se produce durante la preparación de la composición de polímero. Así se evita un proceso de granulación y nueva fusión adicional.

55 Los microgranulados que van a usarse de acuerdo con la invención presentan por regla general contenidos residuales muy pequeños de monómeros que pueden evaporarse, que proceden de la preparación de la masa moldeable a partir de la composición de polímero.

60 Para el uso en el procedimiento de acuerdo con la invención contienen los microgranulados en general solo una baja humedad residual. El contenido de agua residual asciende a no más del 0,3 % en peso, preferentemente a no más del 0,2 % en peso, en particular a no más del 0,1 % en peso, en cada caso con respecto al peso total. El contenido de agua residual se determina a este respecto por medio de una termobalanza, por ejemplo Sartorius MA 30, por medio de muestras de un peso en el intervalo de aprox. 1 a 5 g, determinándose el peso de partida de las muestras, Las muestras se secan a 160 °C durante un periodo de 20 minutos y se determina la pérdida de peso.

Preferentemente, los microgranulados que van a usarse de acuerdo con la invención tienen una dureza Shore A superior a 90° y una dureza Shore D superior a 60°. La determinación de la dureza Shore se realiza según la norma DIN 43505 con aparato de prueba A o bien aparato de prueba D.

5 En el caso de una forma de realización en la que los microgranulados presentan en la vista superior una sección transversal circular, tienen al menos el 90 % de los microgranulados que van a usarse de acuerdo con la invención un ángulo de contorno >90°, de manera especialmente preferente >105°, en particular preferentemente >120°, realizándose la determinación de la geometría mediante valoración bidimensional gráfica por medio de registros de microscopía de los microgranulados. La desviación máxima de la geometría ideal se determina porque áreas en las
10 cuales el contorno de corpúsculo discurre de manera muy discontinua se aproximan y se miden por cuerdas adecuadas. De acuerdo con la definición ya no se encuentra ninguna forma circular ideal con una desviación del ángulo α formado por dos cuerdas de <162°. La elección de la longitud de cuerda s adecuada se realiza por la circunferencia unitaria con radio $r = 1$. El círculo se divide en 20 segmentos de igual tamaño, de modo que cada elemento corresponde a una sección circular de 18° de tamaño (360°: 20). A partir de $s = r \cdot \sin(\alpha) / \cos(\alpha/2)$ con $\alpha = 18^\circ$ y $\alpha = D/2$ resulta $s = D \cdot 0,156$, en el que D corresponde al diámetro de partícula máximo o bien a la extensión de partícula máxima. Preferentemente se realiza la preparación de microgranulados que van a usarse de acuerdo con la invención mediante granulación bajo el agua, combinando y mezclando previamente una unidad de preparación de mezcla, preferentemente una amasadora helicoidal de dos árboles (ZSK) la composición de polímero a temperatura de fusión. En la salida de la unidad de preparación de mezcla se encuentra una placa de boquilla o
20 placa perforada, a través de la cual se prensa la preparación de polímero en forma de masa fundida, solidifica en el baño de agua que se encuentra detrás de esto se prepara la mezcla mediante cuchillos giratorios. El tamaño de las micropartículas depende de la elección de la placa de boquilla/perforada y del número de revoluciones y con ello de la frecuencia de corte de las cuchillas giratorias. La elección de la frecuencia de corte adecuada o bien número de revoluciones de las cuchillas giratorias así como hojas de cuchilla, el tamaño y el número de perforaciones en la placa de boquilla/perforada, la temperatura del agua y la temperatura de procesamiento así como cantidad de caudal de la preparación de polímero se adaptarán por el experto en cuanto a los termoplásticos que van a usarse en cada caso. Los sistemas de proceso adecuados de acuerdo con la invención para la técnica de microgranulado pueden obtenerse en Gala Industries Inc., Eagle Rock, VA, USA (folleto de productos junio 2013).

30 **Etapas de procedimiento c)**

La aplicación del microgranulado sobre los materiales de fibra en la etapa de procedimiento c) se realiza por medio de medios convencionales, preferentemente mediante dispersión, escurrimiento, impresión, inyección, pulverización, inyección térmica o proyección a la llama, o mediante procedimientos de revestimiento de lecho fluidizado. En una
35 forma de realización pueden aplicarse varias capas de microgranulado sobre el material de fibra.

Preferentemente se realiza la aplicación del microgranulado sobre los materiales de fibra en cantidades de las que resulta una proporción de volumen definida según la norma DIN 1310 de materiales de fibra en el producto semiacabado de matriz-fibras en el intervalo del 25 al 80 %, de manera especialmente preferente en el intervalo del
40 40 al 60 %.

En una forma de realización puede seguir a la descarga una etapa de sinterización, en la que el microgranulado sobre el material de fibra se sinteriza. Mediante la sinterización, eventualmente con presión, se calienta el microgranulado, permaneciendo la temperatura sin embargo por debajo de la temperatura de fusión del polímero
45 que va a usarse en cada caso. A este respecto se produce por regla general una contracción, ya que se compactan las partículas de microgranulado del material de partida y se llenan los espacios de poro en el material de fibra.

A continuación, los materiales de fibra revestidos con microgranulado se someten en la etapa de procedimiento d) a la influencia de la presión y temperatura. Preferentemente se realiza esto con calentamiento previo de los materiales de fibra revestidos con microgranulado fuera de la zona de presión.
50

Etapas de procedimiento d)

En la etapa de procedimiento d) se calienta el material de fibra revestido con microgranulado, para iniciar la impregnación completa y la consolidación que sigue a esto del material de fibra. Adicionalmente se aplica presión.
55

Mediante la influencia de la presión y calor funde el al menos un polímero de la composición de polímero o bien la preparación de polímero y penetra en los materiales de fibra, que se impregnan con esto. Mediante desprendimiento de gas existente o que se forma a este respecto de las cavidades entre el material de fibra y la composición de polímero tiene lugar la consolidación. Los gases contienen gas del entorno (por ejemplo aire o nitrógeno) y / o agua (vapor) y/o productos de descomposición térmica del al menos un polímero que va a usarse.
60

Preferentemente se emplea en la etapa de procedimiento d) una presión en el intervalo de 2 a 100 bares, de manera especialmente preferente en el intervalo de 10 a 40 bares.
65

La temperatura que va a aplicarse en la etapa de procedimiento d) es \geq de la temperatura de fusión del al menos un

- polímero que va a usarse o bien de la composición de polímero. En una forma de realización se encuentra la temperatura que va a aplicarse al menos 10 °C por encima de la temperatura de fusión del al menos un polímero que va a usarse. En otra forma de realización se encuentra la temperatura que va a aplicarse al menos 20 °C por encima de la temperatura de fusión del al menos un polímero que va a usarse. El calentamiento puede realizarse mediante una pluralidad de medios, preferentemente calefacción por contacto, calefacción de gas radiante, calefacción de infrarrojo, convección o convección forzada, calefacción por inducción, calefacción por microondas o combinaciones de esto. Directamente a continuación de esto se realiza la consolidación.
- Los procesos de la impregnación y consolidación dependen en particular de los parámetros temperatura y presión. En una forma de realización, la presión que va a aplicarse depende adicionalmente aún del tiempo.
- Preferentemente se aplican los parámetros mencionados, hasta que el producto semiacabado de matriz-fibras presente un contenido de cavidades inferior al 5 % - en este caso quiere decir la proporción de volumen de aire o gas. De manera especialmente preferente se tiene como objetivo que el contenido de cavidades sea inferior al 5 % en el intervalo de una duración de tiempo inferior a 10 minutos, se consiga a temperaturas por encima de 100 °C, de manera especialmente preferente a temperaturas en el intervalo de 100 °C a 350 °C. Preferentemente se aplican presiones por encima de 20 bares.
- La solicitud de presión puede realizarse mediante un procedimiento estático o mediante un procedimiento continuo (también conocido como proceso dinámico), prefiriéndose un procedimiento continuo por motivos de velocidad. El experto diferencia en la fabricación de productos semiacabados de placas de FKV termoplásticos (FKV = material compuesto de plástico y fibras), dependiendo de los caudales que van a conseguirse, los tipos de procedimiento de apilamiento de películas, procedimiento de material preimpregnado y procedimiento directo. Preferentemente se realiza el procedimiento de impregnación de acuerdo con la invención en cuanto a alto caudal de material según el procedimiento directo, en el que el componente de matriz y el componente de material textil se reúnen directamente en la zona de la entrada de material del proceso de prensado. Preferentemente, en el caso del procedimiento directo se trata de un proceso semi-continuo o continuo, de manera especialmente preferente de un proceso continuo.
- Preferentemente se trata a este respecto de un procedimiento de impregnación del grupo - sin limitación - moldeo por vacío, revestimiento en un molde, extrusión en matrices transversales, pultrusión, laminado, estampado, moldeado de membrana, moldeo por presión (Compression Molding). De acuerdo con la invención se prefiere la laminación.
- Las técnicas de laminación preferentes comprenden sin limitación calandrado, laminación en bancada plana y laminación en prensa de doble banda. Cuando se usa la laminación como procedimientos de impregnación, puede usarse preferentemente una prensa de doble banda enfriada (véase también el documento EP 0 485 895 B1).
- En una forma de realización puede formarse en la etapa de procedimiento d) la estructura de material compuesto mediante un procedimiento de conformación que va a aplicarse al mismo tiempo en una geometría deseada o configuración. Los procedimientos de conformación preferentes para la configuración geométrica de la estructura de material compuesto son moldeo por compresión, punzonado, prensado o cualquier procedimiento usando calor y / o presión. Se prefieren especialmente prensado y estampado. Preferentemente, en el procedimiento de conformación se aplica la presión mediante el uso de una prensa de moldeo hidráulica. Durante el prensado o punzonado se calienta previamente la estructura de material compuesto hasta una temperatura por encima de la temperatura de fusión del al menos un polímero en la composición de polímero y con una unidad de moldeo, una unidad de conformación o un molde, en particular al menos una prensa de moldeo, se lleva a la forma deseada o bien geometría.
- Para la obtención de las propiedades mecánicas óptimas es deseable una impregnación a ser posible completa de los filamentos del material de fibra con el al menos un polímero o bien la composición de polímero. Se encontró que en presencia de material de fibra de fibras de vidrio se realiza una velocidad de impregnación rápida de material de fibra de fibras de carbono, lo que conduce a un ciclo de fabricación total más rápido en total de productos semiacabados de matriz-fibras, que contienen tanto fibras de vidrio, como también fibras de carbono.
- De manera simultánea a la impregnación o a continuación de la impregnación tiene lugar la consolidación, por lo que se entiende la exprimición del aire incluido y otros gases. También la consolidación depende en particular de los parámetros temperatura y presión así como adicionalmente del parámetro del tiempo, o sea el periodo, durante el cual actúan presión y temperatura sobre la composición de polímero y el producto semiacabado de fibras.
- El principio de la impregnación consiste en el empapamiento de una estructura de fibra seca con una matriz de polímero o bien preparación de polímero, que se facilitó de acuerdo con la invención previamente como microgranulado. El flujo del producto semiacabado de fibras puede compararse con el flujo de un fluido incompresible por un medio base poroso. El flujo se describe con ayuda de la ecuación de Navier-Stokes:

$$\rho \frac{dv}{dt} = -\nabla P + \eta \nabla^2 v$$

5 en la que ρ representa la densidad, v representa el vector de velocidad, ∇P representa el gradiente de presión y η representa la viscosidad del fluido usado. Si se parte de que la velocidad de flujo del polímero o bien de la preparación de polímero - también designada como matriz - puede clasificarse en la estructura de refuerzo como baja, pueden despreciarse las fuerzas de inercia en la ecuación anterior (su lado izquierdo). En consecuencia se simplifica la ecuación a la forma conocida como la ecuación de Stokes:

$$10 \quad 0 = -\nabla P + \eta \nabla^2 v$$

Ambas propiedades, el grado de impregnación y la consolidación, pueden medirse o bien comprobarse mediante la determinación de valores característicos mecánicos, en particular mediante medición de la resistencia a la tracción en probetas de estructura de material compuesto. Para la determinación de la resistencia a la tracción sirve el ensayo de tracción, un procedimiento de prueba cuasiestático, procedimiento de prueba destructivo, en el caso de plásticos según la norma ISO 527-4 o -5.

20 En la forma completamente impregnada y completamente consolidada cumplen las fibras del material de fibra usado el objetivo de conferir a la estructura de material compuesto que va a generarse resistencia y rigidez, mientras que la matriz de al menos un polímero o bien la composición de polímero, en comparación con las fibras más bien frágiles, influyen positivamente en el alargamiento de rotura de la estructura de material compuesto. Mediante la distinta orientación de las fibras, por ejemplo en forma de un tejido, puede contrarrestarse casos de carga especiales (anisotropía). Una isotropía para conseguir por ejemplo mediante el uso de un material no tejido de fibras irregulares.

25 Dado que tanto el proceso de impregnación como también el proceso de consolidación dependen de los parámetros temperatura y presión, el experto adaptará estos parámetros al polímero que va a usarse en cada caso o bien la composición de polímero. Además éste adaptará también el espacio de tiempo, a través del cual se aplica la presión así como la temperatura, de manera correspondiente al polímero que va a usarse o bien la composición de polímero.

30 **Etapa de procedimiento e)**

Tras la consolidación puede enfriarse la estructura de material compuesto de fibras obtenida en la etapa de procedimiento d) hasta una temperatura por debajo de la temperatura de fusión de la resina de matriz (=polímero) o bien de la composición de resina de matriz (=composición de polímero), también designado como solidificación, y puede sacarse la estructura de material compuesto de fibras en forma de un producto semiacabado de matriz-fibras de acuerdo con la invención de la prensa. El término de la solidificación describe el fraguado de la mezcla de estructura de fibras y matriz líquida mediante enfriamiento o mediante reticulación química para dar un cuerpo sólido. Preferentemente se produce el producto semiacabado de matriz-fibras de una sola capa de acuerdo con la invención con el uso de una prensa de doble banda como artículos de placa.

40 Si se realiza al mismo tiempo una conformación, entonces, tras el enfriamiento hasta una temperatura por debajo de la temperatura de fusión de la resina de matriz o bien de la composición de resina de matriz, preferentemente hasta temperatura ambiente (23 +/-2 °C), se saca la estructura de material compuesto de fibras del molde.

45 En la fabricación de productos semiacabados de placas de FKV termoplásticos tal como los productos semiacabados de matriz-fibras de acuerdo con la invención, se diferencia dependiendo de los caudales de material que van a conseguirse en procedimiento de apilamiento de películas, procedimiento de material preimpregnado y procedimiento directo. Para alto caudal de material se reúnen en el caso del procedimiento directo el componente de matriz y el componente de material textil directamente en la zona de la entrada de material del proceso de prensado. Esto está unido por regla general con un algo gasto técnico de instalación. Para cantidades de bajas a medias se usa además del procedimiento de material preimpregnado con frecuencia el procedimiento de apilamiento de películas. A este respecto, una estructura que está constituida por capas de láminas y material textil dispuestas de manera alterna recorre el proceso de prensado. El tipo del proceso de prensado se orienta a la expulsión de material requerida y a la variedad de material. En este caso se diferencia, según el caudal de material creciente, entre procedimientos estáticos, semicontinuos y continuos. El gasto técnico de instalación y los costes de instalación aumentan a este respecto con el aumento del caudal de material (AKV-Industrievereinigung Verstärkte Kunststoffe e.V., Handbuch Faserverbund-Kunststoffe, 3ª ed. 2010, Vieweg-Teubner, 236).

60 El procedimiento de impregnación de acuerdo con la invención es especialmente bueno para procedimientos de prensado semicontinuo o continuo, preferentemente en prensas de doble banda o en prensas de moldeo continuas. El procedimiento de impregnación de acuerdo con la invención se caracteriza por impregnación rápida y alta productividad y permite generar estructuras de material compuesto de fibras en altas tasas y baja proporción de poros o inclusiones de aire.

65 Preferentemente, un producto semiacabado de matriz-fibras que va a fabricarse de acuerdo con la invención, o sea la estructura de material compuesto obtenida según la etapa de procedimiento e), presenta solo una capa, en la que

ES 2 786 554 T3

las fibras o bien el material de fibra se encuentran o bien se encuentra impregnados por la composición de polímero y consolidados, de acuerdo con la invención designado también como producto semiacabado de matriz-fibras de una sola capa.

5 Un procedimiento de impregnación para la fabricación de un producto semiacabado de matriz-fibras de una sola capa comprende

10 a) facilitar de 1 a 100 capas de producto semiacabado de fibras de fibras sinfín, preferentemente de 2 a 40 capas de producto semiacabado de fibras de fibras sinfín, de manera especialmente preferente de 2 a 10 capas de producto semiacabado de fibras de fibras sinfín, con en cada caso un gramaje en el intervalo de 5 g/m² a 3000 g/m², preferentemente en el intervalo de 100 g/m² a 900 g/m², de manera especialmente preferente en el intervalo de 150 g/m² a 750 g/m²,

15 b) facilitar una composición de polímero en forma de un microgranulado, en el que la composición de polímero presenta una velocidad de flujo volumétrico de masa fundida MVR según la forma ISO 1133 en el intervalo de 50 cm³/10 min a 500 cm³/10 min, de manera especialmente preferente en el intervalo de 50 cm³/10 min a 300 cm³/10 min, de manera muy especialmente preferente en el intervalo de 100 cm³/10 min a 200 cm³/10 min con una carga de 5 kg y una temperatura de 260 °C,

20 c) aplicar el microgranulado sobre la totalidad de todas las capas de producto semiacabado de fibras,

25 d) impregnar y consolidar la totalidad de todas las capas de producto semiacabado de fibras con la composición de polímero para dar un material compuesto mediante acción de temperaturas \geq de la temperatura de fusión de la composición de polímero y presión sobre la totalidad de todas las capas de producto semiacabado de fibras solicitadas con el microgranulado,

30 e) enfriar o bien solidificar con obtención de la estructura material compuesto con una proporción en volumen definida según la norma DIN 1310 de materiales de fibra en el intervalo del 25 al 65 %, preferentemente en el intervalo del 30 al 55 %, de manera especialmente preferente en el intervalo del 40 al 50 %, y una proporción en volumen que va a determinarse mediante determinación de densidad según la norma DIN EN ISO 1183, de aire o gas inferior al 10 %, preferentemente inferior al 5 %,

35 en el que un microgranulado representa un mineral en bruto granulado, cuyas partículas individuales presentan más o menos un tamaño de grano unitario y se designan como granos de granulado, granallas o pellets y éstos presentan un tamaño de grano promedio que va a determinarse por medio de análisis de tamizado en seco de acuerdo con la norma DIN 53477 en el intervalo de 0,01 a 3 mm.

40 Un procedimiento de impregnación para la fabricación de un producto semiacabado de matriz-fibras de una sola capa comprende también

45 a) facilitar un material de fibra que contiene fibras sinfín en forma de 1 a 100 capas de producto semiacabado de fibras de fibras sinfín, preferentemente de 2 a 40 capas de producto semiacabado de fibras de fibras sinfín, de manera especialmente preferente de 2 a 10 capas de producto semiacabado de fibras de fibras sinfín, de manera muy especialmente preferente de capas de tejido de vidrio de fibras cortadas, con en cada caso un gramaje en el intervalo de 5 g/m² a 3000 g/m², preferentemente en el intervalo de 100 g/m² a 900 g/m², de manera especialmente preferente en el intervalo de 150 g/m² a 750 g/m²,

50 b) facilitar una composición de poliamida 6 en forma de un microgranulado,

55 c) aplicar el microgranulado sobre la totalidad de todas las capas de producto semiacabado de fibras,

d) impregnar y consolidar la totalidad de todas las capas de producto semiacabado de fibras con la composición de polímero para dar un material compuesto mediante acción de temperaturas \geq de la temperatura de fusión de la composición de poliamida 6 y presión sobre la totalidad de todas las capas de producto semiacabado de fibras solicitadas con el microgranulado,

60 e) enfriar o bien solidificar con obtención de la estructura material compuesto con una proporción en volumen definida según la norma DIN 1310 de materiales de fibra en el intervalo del 25 al 65 %, preferentemente en el intervalo del 30 al 55 %, de manera especialmente preferente en el intervalo del 40 al 50 %, y una proporción en volumen que va a determinarse mediante determinación de densidad según la norma DIN EN ISO 1183, de aire o gas inferior al 10 %, preferentemente inferior al 5 %,

65 en el que un microgranulado representa un mineral en bruto granulado, cuyas partículas individuales presentan más o menos un tamaño de grano unitario y se designan como granos de granulado, granallas o pellets y éstos presentan un tamaño de grano promedio que va a determinarse por medio de análisis de tamizado en seco de acuerdo con la norma DIN 53477 en el intervalo de 0,01 a 3 mm.

5 Los productos semiacabados de matriz-fibras que van a fabricarse de acuerdo con la invención a partir de microgranulado pueden usarse para una pluralidad de aplicaciones. Preferentemente se usan en el sector de la automoción como componentes para turismos, camiones, aviones comerciales, en la aeronáutica y astronáutica, en el ferrocarril, sin embargo también para aparatos de jardín y domésticos, como disco duro de ordenadores, en aparatos electrónicos manuales, en artículos de tiempo libre y aparatos deportivos, como piezas de construcción estructurales para máquinas, en edificios, en instalaciones fotovoltaicas o en dispositivos mecánicos.

10 Finalmente, la presente invención se refiere al uso de una composición de polímero en forma de microgranulado con un tamaño de grano promedio en el intervalo de 0,01 a 3 mm, que se determina por medio de análisis de tamizado en seco de acuerdo con la norma DIN 53477, para la fabricación de un producto semiacabado de matriz-fibras, a partir de al menos un material de fibra que contiene fibras sinfín, en el que el microgranulado presenta una densidad aparente en el intervalo de 200 a 1.800 g/l, que se determina según la norma EN ISO 60 y el microgranulado presenta un contenido de humedad residual no superior al 0,3 % en peso con respecto al peso total y se determina el contenido de agua residual por medio de termobalanza por medio de muestras de un peso en el intervalo de 15 aprox. 1 a 5 g, determinándose el peso de partida, secándose las muestras a 160 °C durante el periodo de 20 minutos y determinándose la pérdida de peso, y se obtiene el microgranulado mediante mezclado de los componentes individuales de la composición de polímero en al menos una herramienta de mezclado, descarga de la mezcla como cordón, enfriamiento del cordón hasta obtener la capacidad de granulación y granulación del mismo, y 20 el material de fibra es un tejido y como composición de polímero se usa una de al menos poliamida 6 o poliamida 66.

Ejemplos

25 Con el uso de las etapas de procedimiento a) a e) descritas se fabricó un producto semiacabado de matriz-fibras, en el que se usó en la etapa de procedimiento c) composición de polímero molida una vez (ensayo de comparación) y la composición de polímero otra vez en forma de microgranulado (ejemplo de acuerdo con la invención).

30 Como producto semiacabado de fibras se usó un tejido corporal de vidrio de filamento con textura Twill2/2 con acabado de silano y un gramaje de 290 g/m².

La aplicación del microgranulado o bien de la composición de polímero molida sobre los materiales de fibra se realizó en cantidades, de las que resulta una proporción en volumen definida según la norma DIN 1310 en materiales de fibra en el producto semiacabado de matriz-fibras del 45 %.

35 Los productos semiacabados de matriz-fibras se prepararon mediante prensado en caliente de material de fibras y matriz de termoplástico a temperaturas en el intervalo de 290 °C a 320 °C.

40 A) Polvo (molido de manera criogénica) de una composición de polímero a base de poliamida con un tamaño de grano promedio de 0,7 mm.

B) Microgranulado (forma cilíndrica y forma elipsoide) de una composición de polímero a base de poliamida con un tamaño de grano promedio de 0,7 mm.

Tabla 1: Comparación de los resultados de aplicación de polvo y aplicación de microgranulado

	A (ejemplo de comparación)	B (ejemplo de acuerdo con la invención)
Pureza de la composición de polímero	- (Polvo presentaba impurificaciones tras la molienda)	+ (Microgranulado no presentaba impurificaciones)
Gasto de energía para la fabricación del producto semiacabado de matriz-fibras	- (gasto de energía más alto mediante el proceso de molienda y durante la fabricación del producto semiacabado de matriz-fibras)	+ (gasto de energía más bajo durante la fabricación del producto semiacabado de matriz-fibras de microgranulado)
Desarrollo de polvo durante la fabricación del producto semiacabado de matriz-fibras	- (desarrollo de polvo visible)	+ (desarrollo de polvo no visible)
Absorción de humedad de la composición de polímero	- (material a moler presentaba humedad más alta)	+ (microgranulado presentaba humedad más baja)
Calidad de superficie del producto semiacabado de matriz-fibras	- (inhomogeneidades en la superficie distinguibles)	+ (pocas inhomogeneidades en la superficie distinguibles)
Resistencia a la tracción del producto semiacabado de matriz-fibras	-	+ (resistencia a la tracción elevada en comparación con el ejemplo de comparación)

45

Prueba de la deslaminación

5 Para la detección de que un producto semiacabado de matriz-fibras de una sola capa de acuerdo con la invención
 10 tiende menos a la deslaminación que un material compuesto de múltiples capas de acuerdo con el estado de la
 técnica, se sometieron las probetas a una prueba mecánica y a partir de esto se determinó la fuerza de adherencia
 por medio de ensayos de tracción según la norma EN ISO 527 para la determinación de la tensión de rotura, el
 alargamiento de rotura así como el módulo E a temperatura definida. La norma EN ISO 527-1 (última edición de abril
 de 1996, versión ISO actual de febrero de 2012) es una norma europea para plásticos para la determinación de las
 propiedades de tracción, que se determinan mediante un ensayo de tracción con una máquina de prueba de
 15 tracción. Para ello se usó un alojamiento de probetas especialmente concebido, que permitía una introducción
 sencilla y fijación de la muestra de tracción en U usada como probeta con carga de tracción.

La prueba se realizó en una máquina de prueba de universal del tipo Zwick UTS 50 de la empresa Zwick GmbH &
 Co. KG, Ulm, realizándose la introducción de fuerza mediante una cabeza de sujeción mecánica. Cada probeta,
 20 designada a continuación como muestra de tracción en U, estaba constituida por una tira de producto semiacabado
 de matriz-fibras (55 x 40 x 2 mm³), en la que se había inyectado un cordón (40 x 40 x 4 mm³) de poliamida 6.

MATERIAS PRIMAS

20 Matriz termoplástica 1: Poliamida 6 (PA6)

Poliamida 6: tipo de moldeo por inyección, que fluye fácilmente, finamente cristalina y que puede procesarse muy
 rápidamente (BASF Ultramid® B3s) con una densidad de 1,13 g/cm³ y un índice de flujo MVR de 160 cm³/10 min
 [condiciones de medición: ISO1133, 5 kg, 275 °C] o bien un índice de viscosidad relativa (0,5 % en H₂SO₄ al 96 %, ISO
 307, 1157, 1628) de 145 cm³/g.

Matriz termoplástica 2: Poliamida 6 (PA6)

Poliamida 6: tipo de lámina, no reforzada que fluye de manera moderada (BASF Ultramid® B33 L) con una
 30 densidad de 1,14 g/cm³ y un índice de viscosidad relativa (0.5 % en H₂SO₄ al 96 %, ISO 307, 1157, 1628) de 187-
 203 cm³/g.

Producto semiacabado de fibras

35 Tejido de vidrio de fibras cortadas equilibrado (YPC ROF RE600) que está constituido por 1200 tex de hilos de
 urdimbre y trama en ligamento de sarga 2/2 con una densidad de hilos de 2,5 hilos/cm. Gramaje total 600 g/m², del
 que el 50 % en dirección de urdimbre y el 50 % en dirección de trama. Anchura de tejido 1265 mm, longitud de
 calandria 150 lfm. Acabado de los hilos de trama con apresto especial, que estaba adaptado al sistema de polímero
 (en la parte de ejemplo poliamida).

40

Producto semiacabado de material compuesto 1

Se fabricó producto semiacabado de material compuesto 1 en una prensa de placas calentadas estática. El producto
 semiacabado de material compuesto 1 con una longitud de borde de 420 mm x 420 mm estaba constituido por 4
 45 capas de producto semiacabado de fibras así como de una cantidad de polímero exclusivamente de la matriz
 termoplástica 1, que se aplicó y se distribuyó de manera uniforme sobre las capas de fibras y dio como resultado un
 contenido en volumen de fibras del 47 % o bien un espesor de 2,0 mm. Para la consolidación e impregnación se
 aplicó una presión superficial de 24 bares y una temperatura de 300 °C durante 240 s. El enfriamiento posterior
 hasta temperatura ambiente se realizó con presión constante en 300 s. En el producto semiacabado de material
 50 compuesto 1 en forma de placa producido

se habían incrustado de manera homogénea por consiguiente las capas de producto semiacabado de fibras, debido
 al sistema de matriz de una sola capa no se produjeron límites de material/fases dentro de la matriz; no pudo
 diferenciarse materialmente entre la masa incrustada interior y la superficie.

55

Producto semiacabado de material compuesto 2

Se fabricó producto semiacabado de material compuesto 2, como ejemplo de una estructura de múltiples capas de
 acuerdo con el estado de la técnica, igualmente en una prensa de placas calentadas estática. El producto
 60 semiacabado previsto para la estructura de múltiples capas con una longitud de borde de 420 mm x 420 mm estaba
 constituido por 4 capas de producto semiacabado de fibras así como de una cantidad de polímero exclusivamente
 de la matriz termoplástica 1, que se aplicó y se distribuyó de manera uniforme sobre las capas de fibras y dio como
 resultado un contenido en volumen de fibras del 49 % o bien un espesor de 1,9 mm. Para la consolidación e
 impregnación se aplicó una presión superficial de 24 bares y una temperatura de 300 °C durante 240 s. El
 65 enfriamiento posterior hasta temperatura ambiente se realizó con presión constante en 300 s.

Para generar una estructura en forma de capas, se aplicó sobre este producto semiacabado en una etapa de proceso posterior en ambos lados una lámina de 50 µm de espesor de matriz termoplástica 2. Esto se realiza a su vez en una prensa de placas calentadas estática a una temperatura de 260 °C y una presión superficial de 9 bares, que se mantuvo durante 120 segundos. El enfriamiento hasta temperatura ambiente en el intervalo de 60 s se realizó con una presión superficial de 7,5 bares. Debido a las distintas viscosidades de las matrices termoplásticas 1 y 2 no se produjo una estructura unitaria del material compuesto. En el interior del producto semiacabado de material compuesto 2 en forma de placas generado de esta manera se habían incrustado las capas de producto semiacabado de fibras de manera homogénea en la matriz 1, mientras que en las dos superficies (surface) se encontraba exclusivamente la matriz 2, de manera análoga a los productos semiacabados de acuerdo con los documentos WO 2012/132 399 A1 y WO 2010/132 335 A1.

Ensayo

Como probeta para el ensayo mecánico de la adherencia de unión entre el producto semiacabado de material compuesto y el termoplástico rociado se usó una denominada muestra de tracción en U. Cada una de estas probetas de muestra de tracción en U estaba constituida por una tira de producto semiacabado de material compuesto (55 x 40 x 2 mm³), en la que se había inyectado un cordón (40 x 40 x 4 mm³) de poliamida 6. Con respecto a la muestra de tracción en U véase también W. Siebenpfeiffer, Leichtbau-Technologien im Automobilbau, Springer-Vieweg, 2014, páginas 118 - 120. En el ensayo de tracción en U se fija entonces la muestra de tracción en U en un soporte y se carga en un lado con una fuerza de tracción. El ensayo de tracción se representa en un diagrama de tensión-alargamiento (módulo E).

Para los ensayos de tracción en U que van a realizarse en el contexto de la presente invención se inyectó por detrás en cada caso un producto semiacabado de material compuesto 1 no deformado, calentado de acuerdo con la invención, y también un producto semiacabado de material compuesto 2 con estructura de múltiples capas de acuerdo con el estado de la técnica con en cada caso en total 22 cordones idénticos. El respectivo producto semiacabado de material compuesto 1 o 2 se dotó previamente en el punto de la mazarota de una perforación de 8 mm, para que no se produjera ninguna resistencia adicional para la masa fundida de poliamida que va a rociarse para la formación de cordones. Tras el procesamiento se cortaron por sierra en posiciones seleccionadas a lo largo de la trayectoria de flujo, secciones de placas adecuadas para el ensayo con una sierra de cinta del tipo "System Flott" de la empresa Kräku GmbH, Großseifen.

Para el ensayo mecánico de la fuerza de adherencia se determinaron valores característicos de ensayos de tracción en las muestras de tracción en U. A este respecto se usó un alojamiento de probetas especialmente concebido, que permitía una introducción sencilla y fijación de la muestra de tracción en U con carga de tracción. La prueba se realizó en una máquina de prueba de universal del tipo Zwick UTS 50 de la empresa Zwick GmbH & Co. KG, Ulm, realizándose la introducción de fuerza mediante una cabeza de sujeción mecánica. Los parámetros aplicados en el ensayo mecánico pueden deducirse de la **tabla 2**.

Tabla 2: Parámetros de ensayo en el ensayo de tracción

Parámetros de ensayo	Valor
Estado de las probetas	Seco (80 °C, secador a vacío, aprox. 200 h)
velocidad de prueba [mm/min]	10
absorción de fuerza máxima [kN]	50
fuerza previa [N]	5

Como criterio para la fuerza de adherencia se definió la fuerza medida como máximo determinada en el ensayo de tracción. Las primeras caídas de fuerza medibles se originaron mediante primeras grietas en el material, procesos de desprendimiento, deformaciones o efectos similares antes de la obtención de la fuerza máxima y aparecen inadecuadas como criterio para la fuerza de adherencia. La fuerza medida como máximo se consiguió con el fallo de la muestra de tracción en U; se designa por tanto a continuación como fuerza de rotura. Básicamente ha de prestarse atención a que la fuerza máxima puede depender, además de la adherencia de unión y la geometría siempre también del procedimiento de prueba y de las condiciones de prueba.

Por producto semiacabado de material compuesto se realizaron en cada caso 10 pruebas de retirada del cordón, para permitir una información estadísticamente segura.

Resultados experimentales

En el caso del producto semiacabado de material compuesto 1 (de acuerdo con la invención) se produce en todos los casos un fallo puramente cohesivo de la matriz termoplástica 1 directamente en la capa de producto semiacabado de fibras superior del producto semiacabado de fibras.

En el caso del producto semiacabado de material compuesto 2 (no de acuerdo con la invención) pudo observarse

por el contrario siempre una rotura mixta de fallos cohesivos y adhesivos en la capa límite entre matriz termoplástica 1 y matriz termoplástica 2. Un fallo cohesivo de matriz termoplástica 1 por encima de la capa superior del producto semiacabado de fibras no pudo detectarse.

- 5 En el caso del producto semiacabado de material compuesto 2 no de acuerdo con la invención pudo despegarse por tanto la capa próxima a la superficie (surface) de la matriz termoplástica 2 del sustrato, que está constituido por producto semiacabado de fibras y matriz termoplástica 1, mientras que en el caso del producto semiacabado de material compuesto 1 de una sola capa de acuerdo con la invención no pudo observarse ninguna separación de este tipo dentro de una capa paralela a la superficie en la matriz termoplástica 1.

10

Tabla 3: Resumen estadístico de 10 pruebas de retirada de cordón

n.º	Resultado de ensayo de producto semiacabado de material compuesto 1	Resultado de ensayo de producto semiacabado de material compuesto 2
1	+	-
2	+	-
3	+	-
4	+	-
5	+	-
6	+	-
7	+	-
8	+	-
9	+	-
10	+	-

- 15 La valoración de los resultados se realizó según el nivel de la fuerza de retirada. Un "+" caracteriza la fuerza de retirada en cada caso más alta de los dos productos semiacabados de material compuesto comparados entre sí, mientras que un "-" caracteriza la fuerza más baja, simbolizando un "+" una fuerza de retirada más alta en al menos un 15 %.

- 20 Los resultados de prueba muestran que la fuerza máxima en la comparación de los dos productos semiacabados de material compuesto queda en el caso del producto semiacabado de material compuesto 1 de una sola capa de acuerdo con la invención siempre más alta que en el caso del producto semiacabado de material compuesto 2 con estructura estratificada. También el valor medio de los resultados de prueba individuales de la serie de medición se encontraba en el producto semiacabado de material compuesto 1 de una sola capa de acuerdo con la invención claramente por encima del valor medio del producto semiacabado de material compuesto 2.

- 25 Resumen: La resistencia a la retirada del cordón en el caso del producto semiacabado de material compuesto 1 de una sola capa de acuerdo con la invención era claramente más alta que en el producto semiacabado de material compuesto material 2.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la fabricación de un producto semiacabado de matriz-fibras que comprende

- 5 a) facilitar al menos un material de fibra que contiene fibras sinfín,
- b) facilitar una composición de polímero en forma de un microgranulado con un tamaño de grano promedio, que debe determinarse por medio de análisis de tamizado en seco de acuerdo con la norma DIN 53477, en el intervalo de 0,01 a 3 mm,
- 10 c) aplicar el microgranulado sobre el material de fibra,
- d) impregnar y consolidar el material de fibra con la composición de polímero para dar un material compuesto mediante la acción de temperaturas \geq a la temperatura de fusión del al menos un polímero y presión sobre el material de fibra cargado con el microgranulado,
- 15 e) enfriar, obteniéndose la estructura de material compuesto, en donde el microgranulado presenta una densidad aparente de 200 a 1.800 g/l, que se determina según la norma EN ISO 60, y un contenido de humedad residual no superior al 0,3 % en peso con respecto al peso total y el contenido de agua residual se determina por medio de termobalanza por medio de muestras de un peso en el intervalo de aprox. 1 a 5 g, determinándose el peso de partida, secándose las muestras a 160 °C durante un periodo de 20 minutos y determinándose la pérdida de peso, y se obtiene el microgranulado mediante mezclado de los componentes individuales de la composición de polímero en al menos una herramienta de mezclado, descarga de la mezcla como cordón, enfriamiento del cordón hasta obtener la capacidad de granulación y granulación del mismo, y el material de fibra es un tejido y como composición de polímero se usa una de al menos poliamida 6 o poliamida 66.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** la composición de polímero contiene al menos una sustancia de adición o aditivo.

25 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado por que** como aditivos se usan estabilizadores de luz ultravioleta, retardantes de llama, aditivos que fomentan el desarrollo, lubricantes, agentes antiestáticos, colorantes, agentes formadores de germen, agentes que fomentan la cristalización, cargas y otros coadyuvantes de procesamiento u otras mezclas .

30 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** los microgranulados son redondos, elipsoides, tienen forma de cubo o son cilíndricos.

35 5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** los microgranulados presentan una dureza Shore A superior a 90° y una dureza Shore D superior a 60° y la dureza Shore se determina según la norma DIN 43505 con un aparato de prueba A o bien con un aparato de prueba D.

40 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** se aplican varias capas de microgranulado sobre el material de fibra.

45 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** la aplicación del microgranulado sobre los materiales de fibra se realiza en cantidades de las que resulta una proporción en volumen definida según la norma DIN 1310 en materiales de fibra en el producto semiacabado de matriz-fibras en el intervalo del 25 al 80 %.

8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado por que** la estructura de material compuesto obtenida en la etapa e) es un producto semiacabado de matriz-fibras de una sola capa.

50 9. Uso de una composición de polímero en forma de microgranulado con un tamaño de grano promedio en el intervalo de 0,01 a 3 mm, que se determina por medio de análisis de tamizado en seco de acuerdo con la norma DIN 53477, para la fabricación de un producto semiacabado de matriz-fibras, a partir de al menos un material de fibra que contiene fibras sinfín, en donde el microgranulado presenta una densidad aparente en el intervalo de 200 a 1.800 g/l, que se determina según la norma EN ISO 60 y el microgranulado presenta un contenido de humedad residual no superior al 0,3 % en peso con respecto al peso total y el contenido de agua residual se determina por medio de termobalanza por medio de muestras de un peso en el intervalo de aprox. 1 a 5 g, determinándose el peso de partida, secándose las muestras a 160 °C durante un periodo de 20 minutos y determinándose la pérdida de peso, y se obtiene el microgranulado mediante mezclado de los componentes individuales de la composición de polímero en al menos una herramienta de mezclado, descarga de la mezcla como cordón, enfriamiento del cordón hasta obtener la capacidad de granulación y granulación del mismo, y el material de fibra es un tejido y como composición de polímero se usa una de al menos poliamida 6 o poliamida 66.