

365221



PATENTE DE INVENCION

Your ref: No.RC-1118

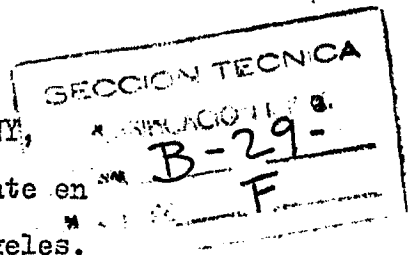
=====

## Memoria Descriptiva

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES DE  
RESINAS TERMOPLASTICAS REFORZADAS CON FIBRA DE VIDRIO".

-----  
*Solicitante:* REXALL DRUG AND CHEMICAL COMPANY,  
entidad norteamericana, residente en  
8480 Beverly Boulevard, Los Angeles,  
California 90054, EE.UU. de A.



-----  
Este invento se refiere en general a  
nuevas composiciones termoplásticas reforzadas con  
vidrio y a un procedimiento para su preparación y,  
de un modo más particular, a un procedimiento para  
5. moldear artículos que comprende una nueva técnica



MAR 1969

para facilitar la dispersión de las fibras de vidrio en el artículo final. Las nuevas composiciones del invento están particularmente adaptadas para el moldeo por inyección, extrusión y moldeo por transferencia. Además, las composiciones proporcionadas por el procedimiento de este invento produce, cuando se moldean o extruyen, artículos con una elevada estabilidad dimensional, elevado módulo de elasticidad, gran resistencia a la tracción, una resistencia al impacto desusadamente elevada y poca contracción durante el moldeo.

La fibra de vidrio, mat de fibra de vidrio y materiales similares de tipo cerámico se han venido utilizando para rellenar plásticos que semoldean en moldes a presión. Los compuestos de plástico rellenos de vidrio apropiados para el moldeo por inyección han encontrado una gran utilización. No obstante, al emplear filamentos de fibra de vidrio, hilos de vidrio, o mechas, combinados con un plástico de moldeo apropiado, ha sido difícil obtener un compuesto de moldeo por inyección que dispersara las fibras debidamente, o sea, de un modo uniforme cuando se moldea el compuesto en una máquina de moldeo por inyección. La falta de uniformidad en la dispersión de las fibras da por resultado artículos moldeados con una apariencia visual carente de atractivo, una superficie sin brillo y superficies difíciles de pintar o me-



25 MAR. 1963

talizar al vacío. Normalmente las fibras se concentran en ciertas áreas y faltan en otras y en algunos casos, la falta de uniformidad en la dispersión afecta (perjudicialmente) las propiedades físicas en cierto grado.

5. Las composiciones para moldeo por inyección reforzadas con fibra de vidrio se encuentran ya descritas; estas composiciones consisten, en un 15 a un 60% en peso de fibra de vidrio, siendo el resto la resina. Las propiedades de los termoplásticos reforzados con fibra de vidrio preparados según las enseñanzas anteriores, se encuentran entre las mejores que se pueden hallar de todas las resinas termoplásticas reforzadas. Las composiciones comprenden específicamente aquellas que se caracterizan porque las fibras de vidrio se encuentran en general alineadas, o sea, orientadas paralelas al eje mayor del nódulo. Estas composiciones se preparan normalmente impregnando mecha de vidrio con resina termoplástica formando posteriormente nódulos con las resinas impregnadas para
- 10.
- 15.
20. obtener nódulos termoplásticos que contengan fibras de vidrio, cuyas fibras en casos específicos, pueden tener la misma longitud que el propio nódulo. El procedimiento y las composiciones de la técnica anterior,
- 25.



arriba mencionada, pueden dar por resultado, en algunos casos, cuando se combina, composiciones reforzadas de vidrio de dispersabilidad marginal.

Además de la tecnología arriba ilustrada

5. hay otros métodos para la preparación de termoplásticos reforzados con vidrio. Un material normalmente empleado en la industria del ramo denominado termoplástico reforzado con "fibra de vidrio corta" puede prepararse alimentando fibra de vidrio previamente cortada en largos de poca longitud, aproximadamente 6 mm. junto con resina termoplástica a la cavidad de alimentación de una extrusora de plástico, extruyendo conjuntamente la mezcla de fibra de vidrio y termoplástico en forma de cordones, cortando ulteriormente estos cordones en pequeños nódulos apropiados para el moldeo por inyección.
10. Los productos obtenidos por este método específico contienen también fibras de vidrio en dispersión dentro del gránulo, y las fibras son de corta longitud, comúnmente entre 0,50 mm y 1,77 mm, a pesar del hecho de que se alimenten en la extrusora fibras de longitud mucho mayor. La reducción en la longitud de la fibra es producida por la intensa acción de molturación que tiene lugar entre los nódulos duros de material termoplástico y la fibra de vidrio cuando se comprime
15. la mezcla en el husillo alimentador de la extrusora.
- 20.
- 25.



25 MAR. 1939

En la industria del ramo existen dos métodos similares y específicos de practicar el arte de la manufactura de resinas termoplásticas reforzadas con fibra de vidrio.

- Un método se refiere a la alimentación de fibra de vidrio previamente cortada y termoplástico no reforzado en corrientes separadas a la tolva de la máquina de moldeo por inyección con husillo mientras que el segundo método se refiere a la operación de cortar fibra de vidrio en cordón continuo directamente por encima de la tolva de la máquina de moldeo por inyección y el vidrio recientemente cortado se mezcla en la tolva con resina termoplástica no reforzada.
- 5.
- 10.

- Además de los procedimientos indicados arriba descritos para la preparación de los termoplásticos reforzados con "fibra de vidrio corta" y "fibra de vidrio larga", existe otro procedimiento no publicado todavía que se refiere a la manufactura de resinas reforzadas con fibra de vidrio concentrada. Este procedimiento emplea una pequeña cantidad de resina como uno de los componentes y una proporción mayor de fibras de vidrio, o sea, de un 70 a un 90 % aproximadamente del segundo componente y forma gránulos para moldeo por inyección por un procedimiento al que haremos referencia más adelante. En las composiciones resultantes de este proceso de elaboración, la fibra de vidrio se concentra
- 15.
- 20.
- 25.



25 MAR. 1969

de una forma bastante densa en los gránulos y estos resultan muy útiles como composiciones de "mezcla madre" que se "diluyen" con resinas no reforzadas (v.g., "se combinan").

5. Sea cual fuere la forma en que se prepara la resina reforzada con fibra de vidrio, la dispersabilidad de las fibras de vidrio en la resina supone frecuentemente un problema con relación a dichas resinas y tal falta de dispersabilidad da lugar a grumos de fibra de vidrio y áreas ricas en resina en la parte moldeada.
10. La formación de grumos y/o zonas ricas en resina da lugar a la obtención de propiedades físicas erráticas y no uniformes en la pieza moldeada. Los grumos de fibra de vidrio tienen también la tendencia a acumularse en la superficie de los artículos moldeados interfiriendo en operaciones posteriores como son las de pintura, metalización al vacío o electrodeposición.
- 15.

- Además de lo anterior, cuando los concentrados de resinas reforzadas con fibra de vidrio se tamborean con otras resinas antes de la combinación en fundido, la acción física del tamboreo produce la rotura de la fibra de vidrio en las resinas más concentradas, siendo el resultado una mezcla o combinación inexacta y un desperdicio excesivo.
- 20.

25. El invento tiene por objeto la prepa-



25 MAR 1954

ración de nuevos artículos moldeados de resinas reforzadas con fibras de vidrio que se caracterizan porque las fibras se encuentran presentes en una mejor dispersión.

5. Otro objeto de este invento es proporcionar composiciones para moldeo con fibra de vidrio que producen formas moldeadas con una mejor dispersión de la fibra de vidrio y mejores propiedades físicas.

10. Otro de los objetos del invento es proporcionar gránulos de nódulos de termoplástico que contienen en los mismos fibras de vidrio y son apropiados para combinarse con resinas sin reforzar, teniendo los productos resultantes mejores propiedades físicas y una mejor dispersión de la fibra de vidrio.

15. Otra finalidad del invento es proporcionar un procedimiento para preparar composiciones de moldeo que contienen una elevada concentración de filamentos de vidrio en una forma muy dispersible.

20. Otro fin más del invento es proporcionar un procedimiento que permite la consecución de una dispersión más completa y homogénea de las fibras de vidrio en un fundido de resina termoplástica, cuyo procedimiento dá por resultado productos con mejores propiedades y una mejor dispersión del vidrio.

25. Los objetos citados se consiguen al me-



25 MAR. 1969

- nos en parte al obtenerse una nueva composición que comprende una resina termoplástica reforzada con fibras de vidrio, cuyas composiciones contienen una pequeña cantidad en peso de un adyuvante de dispersión elegido del grupo consistente en un lubricante hidrocarburo de elevada viscosidad, un plastificante y una resina de bajo peso molecular. En una modalidad de este invento las fibras de vidrio están contenidas en un nódulo de resina termoplástica y dichas fibras se encuentran alineadas generalmente en la dirección del eje mayor del nódulo. En otra modalidad, las fibras de vidrio se encuentran contenidas en dicho nódulo o gránulo en cantidades que oscilan entre un 20 y un 90% en peso, preferiblemente entre un 40 y un 80% en peso.

- El invento proporciona también un procedimiento para facilitar la dispersión de fibras de vidrio en una operación de formación en fundido con el fin de obtener un artículo que tenga una dispersión más completa y homogénea de fibras de vidrio, cuyo procedimiento comprende el emplear una pequeña cantidad de un adyuvante de dispersión elegido del grupo consistente en un hidrocarburo de elevado peso molecular, un plastificante y una resina de bajo peso molecular, siendo suficiente la cantidad de adyuvante para hacer menor la viscosidad de la resina que rodea las fibras de vidrio con



25 MAR. 1969

relación a la viscosidad de la resina carente practicamente de refuerzo de fibras de vidrio, siendo las viscosidades a las que se hace referencia las del fundido a la temperatura de formación o moldeo.

5. Con el fin de que se comprendan adicionalmente algunos de los términos empleados en la presente memoria descriptiva, dicho términos tienen los siguientes significados:

10. (a) Fibras de vidrio cortas (o vitrofibra corta) - Estas son fibras de vidrio que tienen una longitud máxima de 3,18 mm. Pueden tener tan solo una longitud de solo 0,50 mm, según se ha indicado anteriormente

15. al hacer referencia a la técnica anterior al invento.

20. (b) Fibras de vidrio largas - Estas son fibras de vidrio que tienen una longitud superior a 3,18 mm y hasta 38 mm, y generalmente oscilan entre 6,35 y 12,7 mm.

25. (c) Resinas reforzadas con vidrio con centrado o mezcla madre - Estas son resinas que pueden diluirse normalmente, o sea, combinarse, con resi



25 MAR 1969

5. nas sin reforzar de la misma clase. Las resinas más útiles de este tipo son aquellas que contienen aproximadamente de un 40 a un 80% en peso de vidrio ( que pueden tener la forma de fibras de vidrio largas).
10. (d) Adyuvantes de dispersión - Según este invento estos comprenden una gran variedad de composiciones, cuya función principal es proporcionar una dispersión más homogénea del vidrio en el artículo final moldeado. Puesto que la mayoría de las operaciones para formar artículos moldeados pasan a través de un estadio o etapa de fusión, es en esta etapa cuando los adyuvantes de dispersión suponen un mayor beneficio y donde faciliten una dispersión más homogénea de las fibras de vidrio tanto si son cortas como si son largas. Por lo tanto, en esta categoría hay diversos materiales que resultan apropiados en tanto produzcan el efecto de reducir la viscosidad de la resina que rodea la fibra de vidrio con relación a la viscosidad de la resina circundante o sin reforzar a la temperatura de fusión.
- 15.
- 20.
- 25.



25 MAR. 1969

5- (e) Hidrocarburo de gran viscosidad - Este tipo de lubricante es aquel que tiene una viscosidad en centistokes de por lo menos 10 para alcanzar hasta 120 a 37,6°C, y una escala de temperaturas de ebullición del orden de 93,3 a 426,6°C ó superior, preferiblemente de 204,4°C y superior. Estos son también aceites hidrocarburos inertes (que normalmente no contienen hidrocarburos aromáticos o insaturados) y su viscosidad puede expresarse también en segundos universales Seybold y alcanza de 200 a 1000.

10. Los adyuvantes de dispersión idóneos para su utilización según el invento son aquellos elegidos del grupo consistente en lubricantes hidrocarburos de gran viscosidad, plastificantes y resinas de bajo peso molecular. Al grupo de lubricantes pertenecen los hidrocarburos de gran viscosidad que tienen viscosidades SUS de aproximadamente 200 a 1000 y temperaturas de ebullición del orden de 93,3°C, preferiblemente de 204,4 a 426°C. El aceite mineral es un aceite típico de los hidrocarburos de gran viscosidad útiles para el invento.

15.   
20.   
25.



25 MAR. 1969

Los plastificantes comprenden cualquiera del grupo bien conocido hasta el momento utilizado para dicha finalidad con resinas termoplásticas como son el cloruro de polivinilo. Se pueden citar como ejemplos el ftalato de dioctilo, ftalatos de didodecilo, fosfatos de tricresilo, etilfosfato de tributoxi y "Santizer 8" que es una mezcla de orto y para-N-etiltolueno sulfonamidas ( $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{-SO}_2\text{NHC}_2\text{H}_5$ ; P.M. 199,26.)

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- Las resinas de bajo peso molecular son resinas termoplásticas de una fluencia en fundido muy elevada (según ASTM-D-1238-62T) y, por consiguiente, estas resinas tienen una baja viscosidad, a la temperatura de fusión en cuestión en la operación de moldeo, menor que la resina sin reforzar con la que se mezcla. La fluencia en fundido de estas resinas de bajo peso molecular deberá ser por consiguiente lo suficientemente baja para que permitan la dispersión del vidrio, v.g., al tener una viscosidad en fundido menor que la resina circundante a la temperatura de moldeo. Se pueden citar como ejemplos típicos las resinas que tienen una fluencia en fundido de aproximadamente 50 a 250 o mayor, o sea, hasta 5.000. Así, se puede utilizar un polipropileno o polietileno con una fluencia en fundido de 200 a 400 para recubrir las fibras de vidrio o como aditivo para la resina que rodea las fibras de vidrio. Si-



milarmente, se puede utilizar de igual modo poliestireno con una fluencia en fundido de aproximadamente 100 a 200 o polímero de estireno-acrilonitrilo. Por lo tanto, se puede utilizar cualquier resina termoplástica incluyendo el nylon y otras, como material de bajo peso molecular en tanto que tenga una elevada fluencia en fundido como se ha indicado. Por lo tanto, la resina de viscosidad inferior puede utilizarse por si sola para el recubrimiento de fibra de vidrio en la matriz de resina con fibra de vidrio o en menores cantidades en tanto que la resina total que aglutina el vidrio tenga una viscosidad notablemente menor que la resina con la que se mezcla.

La característica común de los adyuvantes de dispersión es que son parcial o totalmente solubles en la resina a temperaturas elevadas como la temperatura del fundido, lo cual es necesario para que descienda la viscosidad del fundido, o sea, la viscosidad de la resina fundida que rodea la fibra de vidrio. De este modo, los adyuvantes de dispersión deben tener una solubilidad suficiente en el fundido para realizar la función de hacer menor la viscosidad de dicho fundido. Las resinas pueden ser sólidas o líquidas y pueden incorporarse en la resina termoplástica de cualquier modo apropiado. La cantidad de adyuvante de dispersión varía, pero en general, una cantidad de tan solo 0,5% produce resultados bene-



25 MAR. 1969

- ficiosos. Una gama apropiada es del 0,5 al 10% en peso, preferiblemente de un 2 a un 8%. Según se ha observado en algunos casos como en el de las resinas de fluencia en fundido elevada y bajo peso molecular, la cantidad puede ser elevada, especialmente si esta es la resina utilizada para recubrir las fibras de vidrio per se.
- 5.

- Según el procedimiento de este invento es preferible que cuando se preparar una mezcla de resina reforzada con fibra de vidrio con una resina no reforzada, el producto final contenga de 1 a 2% de adyuvante de dispersión aún cuando una cantidad de tan solo un 0,1% en peso pueda resultar beneficiosa. No obstante, como regla general, cuando mayor sea la cantidad de vidrio en la resina reforzada con fibra de vidrio sin mezclar, tanto más adyuvante de dispersión será necesario.
- 10.
- 15.

- El adyuvante de dispersión puede añadirse a la composición de fibra de vidrio de cualquier modo apropiado. Así, cuando se emplea un hidrocarburo de gran viscosidad, como es el aceite mineral, éste puede añadirse directamente a los nódulos o gránulos y dejarse que se ponga en contacto con los mismos por un período de aproximadamente 10 minutos a 24 horas. El tamboreo de los nódulos con el aceite mineral ayudará a la absorción del aceite en las fibras de vidrio quedando aparentemente cerca de las mismas. El aceite mineral o plasti.
- 20.
- 25.



ficante, en caso que sea líquido, puede añadirse según se ha indicado anteriormente o bien incorporarse en una emulsión, solución o suspensión de la resina que se ha de utilizar para impregnar las fibras de vidrio según las enseñanzas anteriores.

5.

En un procedimiento ya descrito, se alimentan cordones de vidrio procedentes de estizolas apropiadas a través de un baño que puede encontrarse en forma de una emulsión acuosa o solución de la resina termoplástica o una solución de la resina termoplástica en un

10.

disolvente apropiado que impregna el cordón o mecha. En esta modalidad, el adyuvante de dispersión se añade también en el baño en una cantidad suficiente para que los gránulos resultantes contengan la cantidad indicada anteriormente. El cordón se hace pasar después a través

15.

de un horno o estufa en el que se evapora el agua de la emulsión, o el disolvente de la solución, y se funde la resina. El horno se hace funcionar normalmente a temperaturas comprendidas entre 204 y 315°C y, por lo tanto,

20.

se deberá tener cuidado que los adyuvantes de dispersión líquidos no se evaporen excesivamente a estas temperaturas. El cordón impregnado, después de la solidificación de la resina, se hace pasar cerca de una serie de calentadores en los que las temperaturas del cordón se elevan, cuando es necesario, a una temperatura apropiada

25.



- para la formación de los nódulos. Después de haberse cortado el cordón se cribra, para eliminar producto cortado indeseable del mismo, quedando después dispuesto para empaquetado. Aún cuando las etapas del
5. proceso general anterior son descriptivas de los que ocurre en una modalidad del procedimiento del invento, se puede encontrar una descripción más detallada de cada una de las etapas generales detalladas anteriormente en una patente U.S. relacionada anterior.
10. Según se ha indicado, en el caso de algunos adyuvantes de dispersión líquidos como es el aceite mineral, la técnica a seguir para su adición es aplicarlo simplemente a la superficie o bien los líquidos adyuvantes de dispersión y sólidos adyuvantes de dispersión pueden añadirse a los cordones de fibra de vidrio con anterioridad.
15. Los adyuvantes líquidos de dispersión, así como los adyuvantes sólidos de dispersión pueden añadirse también a la fibra de vidrio disolviendolos en una resina termoplástica fundida y empleando un procedimiento para la impregnación de la fibra de vidrio ya descrito. En este caso el cordón de fibra de vidrio pasa a una cámara o recipiente, que contiene un suministro de resina termoplástica fundida y una cantidad apropiada de adyuvante de dispersión. El aparato empleado
- 20.
- 25.



25 MAR 1969

- puede contener en un punto intermedio a su longitud el depósito que puede contener un molde colector que recoge los torzales de fibra en un solo haz que sale del depósito a través de un orificio alineado con el molde colector . Después de enfriarlo de cualquier modo apropiado, como puede ser haciendolo pasar a través de un baño de agua para solidificar la resina termoplástica aplicada en el depósito, el cordón pasa entre rodillos alimentadores que sirven para hacer pasar los cordones por el aparato. Después de dejar los rodillos el cordón pasa por una cizalla que lo corta en pequeños trozos para formar los nódulos o gránulos deseados. Cuando es necesario, se puede hacer pasar cordón impregnado cerca de una serie de calentadores en los que se eleva la temperatura del cordón a una temperatura apropiada para su formación en nódulos. Como en el caso anterior, a pesar de que lo expuesto se refiere a etapas generales del proceso de elaboración, por la técnica anterior se puede obtener una descripción completa y detallada del aparato. En este punto debemos mencionar que aunque en ningún momento la técnica anterior describe una etapa de calentamiento directo del cordón impregnado antes de su formación en nódulos, con el fin de poner el cordón en estado apropiado para su formación en nódulos, dicha etapa de calentamiento puede ser necesaria y puede habili-
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.



25 MAR. 1969

tarse con facilidad. Una fuente apropiada para dicho tratamiento térmico es un grupo de radiación de rayos infrarrojos.

- Las composiciones preferibles para este
5. invento son aquellas que contienen de un 40 a un 80 por ciento de fibras de vidrio en peso en un gránulo de una longitud de aproximadamente 6,35 a 12,7 mm y un diámetro de aproximadamente 1,59 mm a 3,18 mm. El diámetro de las fibras de vidrio en la forma preferente de realización del invento es también muy pequeño puesto que las
10. fibras de vidrio consisten normalmente en unos 204 filamentos en un cordón y tienen un peso de aproximadamente de 2017 m por kilogramo. La fibra de vidrio puede ser de la variedad larga o de la variedad corta o consistir
15. en una mezcla de ambas. Es preferible que las fibras estén alineadas en la dirección del eje del nódulo cuando se trata de fibras largas de vidrio. Asimismo, cuando se trata de fibras largas de vidrio, algunas de las fibras, y en algunos casos prácticamente todas, tendrán virtualmente la misma longitud que el eje mayor del gránulo debido al método empleado en la manufactura.
- 20.

Como el procedimiento de este invento se puede preparar un artículo final a partir de una mezcla combinada de resinas sin reforzar con una resina reforzada de vidrio (del tipo de fibra larga o del tipo de fi

25.



25 MAR. 1969

bra corta o una mezcla de ambas resinas reforzadas) según se ha indicado para obtener un producto mejorado.

5. El uso de una pequeña cantidad de adyuvantes de dispersión, como puede ser aceite mineral en las cantidades indicadas evita también que la resina reforzada de vidrio, por ejemplo, poliestireno reforzado de vidrio, se divida o rompa durante las operaciones necesarias de mezcladura o moldeo.

10. Fué sorprendente que en el caso de los adyuvantes de dispersión líquidos como es el aceite mineral se pudieran obtener buenos resultados puesto que cabría esperar que se desprendiera de la composición y produjera manchas. La exposición prolongada de muestras de vidrio-resina con contenido de aceite en bolsas de papel no ha producido mancha alguna de aceite en el papel de dichas bolsas.

15. Se ha visto que es posible emplear los adyuvantes de dispersión bien en una resina reforzada con fibra de vidrio regular o en concentrados de fibra de vidrio que contienen resinas con cantidades relativamente elevadas de vidrio (hasta un 90%) cuyos productos se "diluyen" o combinan con productos reforzados con fibra de vidrio normales antes de la operación de moldeo. El contenido de vidrio en la composición final deberá ser

20. de por lo menos un 10 por ciento en peso de fibra de vi-

25.



25 MAR. 1963

5. drío, preferiblemente un 20 por ciento o más con el fin de obtener las propiedades deseadas en el artículo moldeado, y permitir al mismo tiempo que se pueda manejar el compuesto en las máquinas conformadoras tradicionales.

10. En todos los casos se ha averiguado que los adyuvantes de dispersión añadidos no producen prácticamente efectos perjudiciales en las propiedades físicas de la resina reforzada. En muchos casos, las propiedades físicas se vieron sensiblemente realzadas.

15. Se puede utilizar cualquier resina termoplástica con el procedimiento del invento para la preparación de composiciones mejoradas del mismo. Tales resinas termoplásticas comprenden poliestirenos, las resinas acrílicas (v.g., copolímeros de estireno-acrilonitrilo), resinas de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), resinas de cloruro de polivinilo, resinas de poli formaldehído, resinas de polisulfona, resinas de óxido de polifenileno, resinas de poliamida como es el nylon, 20. resinas de poliéster, resinas de poliolefina, resinas de policarbonato y muchas otras.

Los ejemplos que siguen se ofrecen para ilustrar el invento.

EJEMPLO 1

25. Una resina para moldeo reforzada con fibra



- de vidrio que comprendía un poliestireno con un contenido del 4% de aceite mineral y un 80% de fibras de vidrio se combinó con poliestireno sin reforzar para obtener un producto final que tenía un 20% de contenido en fibra de vidrio. La mezcla se combinó por espacio de 5 a 10 minutos. La muestra que contenía un 20% de fibra se utilizó para moldeo con un aparato normal de moldeo por inyección y las piezas moldeadas se sometieron a prueba. Se averiguó que la adición del aceite daba por resultado una mejor dispersión del vidrio de lo que normalmente se encuentra cuando no se añade aceite al poliestireno reforzado con vidrio. La temperatura de distorsión térmica del poliestireno reforzado mejoró en varios grados si se compara con el poliestireno no reforzado que contiene aún menos aceite mineral.
- 5.
- 10.
- 15.

#### Ejemplo 2

- Una resina de poliestireno reforzada con fibra de vidrio que tenía un 80 por ciento de fibras largas de vidrio se mezcló por espacio de 5 minutos con un 4 por ciento de aceite mineral. De un modo similar, una resina SAN (copolímero de estireno-acrilonitrilo) con un 80% de fibras largas de vidrio se mezcló con un 4% de aceite mineral. Cada una de estas resinas se combinó entonces con 3 partes de poliestireno sin reforzar y SAN sin reforzar, respectivamente, para obtener un 20% de
- 20.
- 25.



vidrio en las mezclas finales (tamboreada, v.g. combinadas en tambor). Cada uno de los productos se almacenó después por separado en bolsas de papel y se dejó permanecer en dichas bolsas durante tres días.

5. El aceite presente en las mezclas de resina vidrio no manchó las bolsas de papel.

Las propiedades físicas de estos productos con contenido en aceite se compararon con los mismos productos de resina-cristal que no contenían aceite.

10. Los resultados de estos estudios comparativos se indican en la tabla que sigue.

Por estos datos es evidente que se obtiene un número de ventajas por el uso del aceite en la resina reforzada con vidrio. Se obtiene una notable mejora en la dispersión del cristal en la resina, si se compara con la muestra de contrastación, cuando se incorpora el aceite. En esta operación no hubo pérdida alguna en las propiedades, v.g., el producto tenía propiedades equivalentes. No se observó una pérdida significativa en la temperatura de flexión térmica aún cuando se había añadido un 4% de aceite mineral a la resina.

15.

20.



T A B L A

<u>Propiedades</u>	<u>Mezcla de resinas con un 40% de vidrio y sin reforzar para obtener un reforzado con un 20% de vidrio (poliestireno)</u>	<u>80% de vidrio con 3 partes de resina sin reforzar para obtener un 20% de reforzado de vidrio y un 4% de aceite mineral (poliestireno)</u>	<u>40% de vidrio en SAN más SAN sin reforzar para obtener un 20% de vidrio SAN</u>	<u>80% de vidrio en SAN con 3 partes de SAN para obtener SAN con un 20% de vidrio y un 40% de aceite mineral</u>
Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	654,6	808,5	804,3	1042,3
Alargamiento %	1,11	1,53	1,37	1,87
Resistencia a la flexión kg/cm <sup>2</sup>	1026,9	1099,0	1306,2	1418,9
Temperatura de flexión 90° a 18,55 kg/cm <sup>2</sup>	102,2	101,1	102,2	98,9
Resistencia al impacto Izod kgm/cm	0,054	0,047	0,043	0,040
Absorción de agua en 24 hrs. a 22,7°C, %	0,09	0,07	0,22	0,20
Densidad relativa	1,19	1,18	1,22	1,22



Los datos anteriores demuestran que no se produce un cambio notable en las propiedades físicas cuando se añade aceite mineral. Es sorprendente que difícilmente hubiera una pérdida en la temperatura de flexión especialmente en vista al hecho de que un 0,3% de aceite mineral produce una pérdida de 11,1°C en la temperatura de flexión en el poliestireno sin reforzar. En las pruebas anteriores, así como en otras pruebas indicadas en la presente memoria, se empleen las denominaciones ASTM que siguen:

5.

10.

Resistencia a la tracción	D638
Alargamiento %	D638
Resistencia al flexión	D790
Flexión	D648
Resistencia al impacto Izod	D656
Absorción de agua	D570
Densidad relativa	D792

15.

EJEMPLO 3

Parte A

20.

Se preparó un copolímero de estireno-acrilonitrilo con una fluencia en fundido de 16, polimerizando en suspensión acuosa una mezcla con una relación de monómero de estireno a monómero de acrilonitrilo prácticamente de 75/25. El agente de suspensión era una hidroxietilcelulosa y el iniciador era perbenzoato de t-

25.



2 MAR 1959

-butilo. El regulador de peso molecular empleado era t-dodecilmercaptan. Se empleó un ciclo de 9 horas en la polimerización, o sea, 85°C a 115,5°C durante seis horas y de 115,5°C a unos 126,6°C durante tres horas.

5.

Parte B

Se preparó un estireno-acrilonitrilo similar al anterior a excepción de que se alteraron el ciclo y el mercaptan suficientemente para obtener un SAN que tenía una fluencia en fundido de 160.

10.

Parte C

En este ejemplo, se utilizó la resina de la parte B para impregnar una fibra de vidrio según la técnica descrita anteriormente, para obtener una resina que se combinó después con la resina de la parte A. La menor viscosidad en fundido de la resina B sirvió como medio excelente para una dispersión homogénea de las fibras de vidrio por toda la resina fundida.

15.

EJEMPLO 4

De un modo similar al ejemplo 3 anterior, se puede utilizar un polipropileno (cristalino) con una fluencia en fundido de aproximadamente 200 como adyuvante de dispersión y concentrado para combinar con un polipropileno cristalino con una fluencia en fundido de aproximadamente 5 a 6 con el fin de obtener un produc-

20.

25.



to que tenga un 20% de fibra de vidrio con una mejor dispersión.

EJEMPLO 5

5. En este ejemplo, se añadió un 4% en peso de fosfato de tricresilo a un copolímero de estireno+acrilonitrilo (SAN) que contenía un 80% de fibra de vidrio larga y se combinó con SAN para todo uso. El producto (que tenía un 20% final de fibra de vidrio) tenía una dispersión del vidrio mejorada.

10. EJEMPLO 6

Se siguió el procedimiento del ejemplo 5 a excepción de que se utilizó "Santicizer 8" (sulfonamidas) como adyuvante de dispersión y de nuevo se obtuvieron excelentes resultados.

15. Los ejemplos anteriores ilustran evidentemente de un modo adecuado el procedimiento del invento y demuestra el éxito obtenido empleando los adyuvantes de dispersión descritos. Se comprenderá que la clave del éxito de una mejor dispersabilidad se cree que se debe a la explicación que sigue: A medida que la temperatura aumenta en la operación de mezclado de la resina reforzada con fibra de vidrio y la resina sin reforzar, la fluidez de la resina que rodea las fibras de vidrio aumenta sobre aquella de la resina más viscosa sin reforzar y cuando se alcanza la temperatura de
- 20.
- 25.



conformación, v.g., la temperature de fusión, las fibras de vidrio se dispersan facilmente en toda la masa. Por consiguiente es esencial para el invento el que la viscosidad que rodea las fibras de vidrio sea notablemente menor.

5.

El procedimiento sin publicar y nueva composición que comprende concentrados de resina termoplásticas reforzadas con vidrio con un 80 hasta un 90% de fibras de vidrio en las mismas, a los que hemos hecho alusión anteriormente, es el objeto de otra solicitud pendiente estadounidense. En general, dicha memoria descriptiva enseña que ciertas etapas críticas en el proceso son necesarias para alcanzar con éxito las resinas con gran concentración de vidrio, pudiendose tomar como referencia dicha memoria descriptiva para obtener una explicación adicional relativa a dichos concentrados elevados de vidrio.

10.

15.

Los productos formados, como son los productos moldeados preparados según este invento tienen una apariencia visual muy agradable, o sea, mejora la dispersión de las fibras de vidrio y los productos son más tersos. Los productos pueden asimismo metalizarse al vacío y pintarse y no se forman grumos de vidrio que pudieran aparecer en la superficie. Además de estas

20.

25.



- ventajas importantes, las composiciones del invento permiten que las operaciones de moldeo o extrusión se realicen con una mayor eficacia empleando temperaturas más bajas y menores contrapresiones, y ciclos más rápidos en las operaciones de moldeo por inyección.

Se puede recurrir a equivalentes dentro del alcance de este invento.

N O T A

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También
15. se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de Patente presentada en Norteamérica, con fecha 25 de marzo de 1.968, bajo el número Ser 715.574, scogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la
20. esencia del referido invento y por lo que se solicite una Patente de Invención por 20 años, en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES DE RESINAS TERMOPLASTICAS REFORZADAS CON FIBRA DE VIDRIO"; caracterizándose por lo siguiente:
25. 1.- Procedimiento para la obtención de composiciones de resinas termoplásticas reforzadas con



- fibra de vidrio, caracterizado porque comprende combinar una resina termoplástica sin reforzar con una resina termoplástica reforzada con fibras de vidrio, cuya resina reforzada contiene una pequeña cantidad de un adyuvante de dispersión elegido del grupo consistente
5. en un lubricante hidrocarburo de gran viscosidad, un plastificante y una resina de bajo peso molecular, cuya cantidad sea suficiente para reducir la viscosidad del fundido de la resina que rodea las fibras de cristal
10. con relación a la viscosidad de la resina no reforzada a la temperatura de fusión.

- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la resina reforzada contiene aproximadamente de un 40 a un 80% en peso de fibras de vidrio.
- 15.

- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad de adyuvante de dispersión está comprendida entre un 0,5 a un 8% en peso aproximadamente.

- 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las fibras de vidrio en la resina reforzada están contenidas en un nódulo para moldeo y porque las fibras de vidrio se encuentran virtualmente alineadas en la dirección longitudinal ali-
20. neadas en la dirección longitudinal del nódulo.
- 25.



5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 4, caracterizado porque el adyuvante de dispersión es un aceite mineral.

5. 6.- Procedimiento para la obtención de composiciones de resinas termoplásticas reforzadas con fibra de vidrio; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 30 hojas escritas a máquina por una sola cara.

25 MAR. 1969

Madrid,

REXALL DRUG AND CHEMICAL COMPANY

A GOMEZ ACEBO Y MOPEL  
Por Firmado: F. Hernández Ruiz

A large, stylized signature scribble in black ink, consisting of several overlapping loops and lines, positioned over the typed text.