

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



19	ES	11	NUMERO	10	A 1
		21	454784		
		23	FECHA DE PRESENTACION		

- 4 ENE. 1977

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO:	32 FECHA	33 PAIS
76.00470	9 de Enero de 1.976	Francia
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	<i>CAL</i>	
64 TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE MASAS DE MOLDEAR A BASE DE POLIPROPILENO.		
71 SOLICITANTE (S)		
RHONE-POULENC INDUSTRIES, entidad francesa,		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
22, Avenue Montaigne, 75-PARIS (8ème), Francia.		
72 INVENTOR (ES)		
GERARD HOSTI, Ing, LOUIS MACABREY, Ing.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. JAIME GOMEZ-ACEBO Y MODET.		

POOR
QUALITY

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de nuevas materias para moldear a base de polipropileno reforzadas.

5 La incorporación de fibras de vidrio en la matriz del polipropileno en parte para conferirle propiedades mecánicas superiores y en parte igualmente por razones económicas, es conocida. La adhesión entre las fibras de vidrio y el polímero se realiza mal, de modo que se ha propuesto añadir diversos agentes de unión, tales como el anhídrido maleico, la bismaleimida, que tienden a remediar este inconveniente. Estos perfeccionamientos conocidos mejoran de forma notable las características de flexión y de resistencia al impacto; sin embargo para aplicaciones particulares tales como la fabricación de piezas técnicas, se han revelado insuficientes en la mejora de estas propiedades. Además, la temperatura de curvatura bajo carga es excesivamente baja.

10 Se ha intentado además, con el fin de mejorar las características de algunas resinas, mezclarlas con otra resina. La mezcla de resinas relativamente compatibles posee en general características próximas de la media aritmética de las características de cada resina en función de la relación de los componentes. La compatibilidad entre el polipropileno y el polietileno tereftalato es suficientemente buena para que se haya ya pensado en realizar mezclas polipropileno polietileno tereftalato de gran proporción en polipropileno. Sin embargo hasta el presente estas mezclas no han sido utilizadas más que en el campo de la extrusión de las fibras. Su utilización para el moldeo por inyección no ha sido posible. En efecto en virtud de la heterogeneidad de la mezcla y de las velocidades de cristalización muy diferentes de los dos polímeros, se obtienen objetos que tienen tendencia a estratificarse durante el enfriamiento y que poseen un mal estado superficial. Masas de moldear utili-

zables industrialmente no han podido obtenerse más que modificando la estructura de politereftalato, por ejemplo con ayuda de diglicidileter, y utilizando una proporción predominante de poliester. Así resulta un costo elevado de la fabricación.

La presente invención se propone dar unas nuevas masas para moldear a base de polipropileno armada de fibras de vidrio, que poseen propiedades mecánicas y mecanotérmicas mejoradas en particular una mejor resistencia al choque, una mejor resistencia a la flexión, una mejor dureza superficial, una débil absorción de agua y una temperatura de curvatura sin carga acrecentada.

Las masas de moldear según la invención se caracterizan porque consisten en una mezcla íntima que contiene en peso 50 a 99 partes de polipropileno, de 1 a 50 partes de polietileno tereftalato y de 10 a 60 partes de fibras de vidrio.

Según una composición preferente, las masas de moldear se caracterizan porque contienen en peso 85 partes de polipropileno, 15 partes de polietileno tereftalato y 30 partes de fibras de vidrio.

La invención se refiere igualmente a los objetos moldeados a partir de las masas de moldear.

La entidad solicitante ha encontrado que la incorporación de pequeñas cantidades de polietileno tereftalato

5 en polipropileno cargado de fibras de vidrio permitía resolver de forma inesperada a la vez el problema de la adhesión de las fibras de vidrio y el de la compatibilidad del mezclado en frío aumentando a la vez de forma excepcional las propiedades mecánicas. Masas de moldear poco costosas utilizables para la fabricación de piezas técnicas se consiguen así. Con respecto al polipropileno solo cargado de fibras de vidrio, poseen una resistencia a la flexión y un módulo de flexión acrecentado y con respecto a la mezcla de polipropileno-politereftalato de etileno no cargado, poseen una resistencia elevada a los choques. Además, mediante la regulación de la cantidad de poliéster a incorporar, es posible regular la temperatura de curvatura bajo carga al valor deseado, siendo, bien entendido, esta regulación función del peso molecular del poliéster.

10 El polipropileno utilizado como componente principal de las materias a moldear, según la presente invención, es un polipropileno estereoregular, cristalino e cristallizable, frecuentemente denominado "isotáctico", preparado con ayuda de un catalizador de coordinación del tipo Ziegler-Natta y que contiene al menos el 50%, preferentemente el 95% de partículas isotácticas. Para la descripción de las propiedades de este tipo de polímero se puede hacer referencia a la obra "Encyclopedia of Polymer Science - Volumen 11, páginas 600". Aunque polipropilenos de peso molecular medio elevado

(Mw 500.000 a 700.000) puedan utilizarse, se preferirá polipropilenos elegidos en la gama de pequeños pesos moleculares (Mw 250.000 a 500.000) que son más fáciles de poner en práctica. El término polipropileno incluye los homopolímeros y los copolímeros del polipropileno con otras olefinas tales como el etileno o el buteno-1 que puede contener hasta 10 moles % de la segunda olefina, así como las mezclas de homo- y de copolímeros. Estos copolímeros son materiales perfectamente conocidos para su puesta en práctica por moldeo por inyección y por extrusión.

El polietileno tereftalato utilizable en la realización de la invención es disponible en el comercio o puede ser preparado por técnicas conocidas tales como la esterificación del ácido tereftálico o la transesterificación del tereftalato de dimetilo seguida de una polimerización. El politereftalato apropiado tiene una viscosidad intrínseca (medida en e. clorofenol a 25°C) de 0,5 a 0,75, preferentemente 0,6. El peso molecular no es crítico, basta que sea suficientemente elevado para constituir películas; valores situados en la gama de los pequeños pesos moleculares se utilizan tanto como los situados en la gama de los elevados pesos moleculares. El polietileno tereftalato puede haber sido preparado con ayuda de un agente de nucleación o según la técnica denominada de pos-condensación. Igualmente se puede utilizar un polietileno tereftalato del que hasta

el 20 moles % haya sido modificado por otros ácidos o alcoholes policarboxílicos o eteroxidos. El poliéster puede ser utilizado en forma de granulados, fibras, películas trituradas.

5 La proporción de poliéster añadida al polipropileno está comprendida entre 1 y 50% en peso con respecto a la mezcla. Las proporciones superiores al 50% salen del marco de la invención.

10 La cantidad de fibras de vidrio utilizadas para el refuerzo puede variar entre amplios límites. Por razones de orden práctico se sitúa preferentemente entre 10 y 60% en peso con respecto a la mezcla final más generalmente entre el 10 y el 40%, preferentemente, el 30%.

15 Como fibras de vidrio, se utilizan las fibras de vidrio usuales en el comercio, en forma de hilos cortados en Rovings. La superficie de las fibras de vidrio es habitualmente tratada por un derivado órgano-silano o una base epoxidada. Las fibras de vidrio preferidas son las fibras conocidas con el nombre de vidrio E que tienen una longitud
20 comprendida entre 3 y 12,5 mm. Ninguna limitación puede ser llevada sobre la forma o la dimensión de las fibras de vidrio utilizadas en las masas de moldeo según la invención.

25 Otras cargas refuerzadoras que son conocidas en el campo de las materias termoplásticas pueden utilizarse. Se puede citar por ejemplo el talco, amianto, filamentos de

carbóno, etc.

Quede bien entendido que son las masas de moldear las que pueden, sin salir del marco de la invención, contener aditivos clásicos tales como estabilizantes, antioxidantes, pigmentos, colorantes, ignífugantes, lubricantes, agente de expansión etc.

Las masas de moldear conformes a la invención pueden prepararse mezclando los componentes mecánicamente por métodos convencionales.

Según una forma de realización ventajosa, la homogeneización se obtiene en estado fundido con ayuda de una extrusionadora monotornillo o de doble tornillo. Las temperaturas de extrusión y el perfil de los tornillos se estudian para conseguir una perfecta gelificación de la mezcla. Los especialistas harán los ajustes necesarios para tener en cuenta las variaciones de peso molecular y de los porcentajes de los constituyentes. La composición extrusionada puede ser cortada en forma de granulados o de pastillas que son utilizables directamente en las prensas de inyectar tipo tornillo o pistón.

Las masas de moldear convienen para el moldeo por inyección, por extrusión, con vistas a la fabricación de piezas técnicas utilizables en particular en los campos de los electrodomésticos, aeronáutica, automóvil, electrotécnica. Pueden igualmente utilizarse en la fabricación de pro-

ductos aligerados.

Los ejemplos que siguen ilustran la invención sin disminuir por ello su alcance.

Para estos ejemplos se ha utilizado:

- 5 - un polipropileno isotáctico de viscosidad intrínseca 0,6 Marca NAPRYL de la sociedad NAPHTACHIMIE
- un politereftalato de etileno glicol de viscosidad intrínseca 0,64, peso molecular 30.000 - Punto de fusión cristalino 254°C - Marca TEMPHANE FC 5 de la CELLOPHANE;
- 10 - fibras de vidrio tipo 421 ES (vidrio E) cortadas a 6 mm - vendidas por la Sociedad O.C.F.

Ejemplo 1

En un mezclador se prepara una mezcla seca de los tres constituyentes en la relación de peso polipropileno-politereftalato-fibras de vidrio 65-15-30. La mezcla es homogeneizada haciéndola pasar a través de una extrusionadora de tornillo simple, escalonándose la temperatura de 290°C (alimentación) a 260°C (hilera). La velocidad de rotación del tornillo es de 50 r.p.m. y el caudal 35-40 kg/hora. La mezcla extrusionada es cortada a 45°C en forma de granu-
15 lados.

A fin de determinar las propiedades físicas de la masa a moldear se ha transformado los granulados bien secados en probetas (dimensiones 175 x 100) según el procedimiento de moldeo por inyección (temperatura del cilin-
20 25

dro 240-280°C - Temperatura del moldeo 40°C - Presión 1350 bares).

5 Las propiedades siguientes han sido medidas: resistencia y módulo a la flexión (Norma NF T 51001) - Temperatura de curvatura bajo carga (Norma NF T 51.005) Dureza Rckwell (Norma ASTM D 785).

10 A título comparativo se dan las mismas características para el polipropileno virgen, para el polipropileno reforzado al 30% de fibras de vidrio sin adición de polietileno-tereftalato y para el politereftalato y para el politereftalato virgen (P E T).

CUADRO I

Masa de moldeo	Resistencia a la flexión Kg/cm ²	modulo de flexión Kg/cm ²	temperatura de flexión bajo carga	dureza -- Rockwell Escala M
Polipropileno	470	17.000	70	38
Polipropileno vidrio	640	44.000	132	58
Mezcla Ex. 1	800	50.000	148	72
Mezcla P. E T	780	20.000		90

Ejemplo 2 a 7

20 Se da los resultados de medidas hechas sobre probetas fabricadas a partir de diferentes grados de P E T y un grado de vidrio constante del 30% con respecto al peso total de la mezcla de resinas.

CUADRO II

Ex.	P E T	Poli-propileno %	Resistencia al choque Kg/cm ²	Resistencia a la flexión Kg./cm ²	Modulo de flexión Kg/cm ²	Dureza Rockwell Escala M	TF8C °C
2	10	80	3,9	735	50.500	68	144
1	15	85	5,3	800	50.000	72	148
3	20	80	4,4	780	52.000	70	146
4	25	75	4,1	745	55.000	67	155
5	30	70	4,3	740	56.000	70	155
6	35	65	3,6	715	58.000	67	158-156
7	50	50	4	750	57.000	68	169

5

10

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para la obtención de masas de moldear a base de polipropileno, caracterizado porque se agrega de 1 a 50 partes de polietilentereftalato y 10 a 60 partes de fibras de vidrio en 50 a 99 partes de polipropileno, se calienta la composición a una temperatura superior al punto de fusión del polietilentereftalato y se refrigera la masa obtenida.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se calienta la composición en una extrusora a una temperatura comprendida entre 250 y 290°C, se refrigera el extruido y se corta en forma de gránulos.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el polipropileno se elige en el grupo que consiste en homopolímero cristalino, copolímero que contiene hasta 10 moles % de una segunda olefina y mezcla homo- y copolímero.

20 4.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el polietilentereftalato posee una viscosidad intrínseca de 0,5 a 0,75.

25 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque contienen, en peso, 85 partes de polipropileno homopolímero cristalino, 15 partes de polietilentereftalato de viscosidad intrínseca 0,6 y 30 partes de fibras de vidrio.

6.- Procedimiento para la obtención de masas de moldear a base de polipropileno, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 11 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14 MAR. 1978

RHONE-POULENC INDUSTRIES.

J. M. GONZALEZ ARANDA Y PONDO
p. p. Firmado: J. Suarez Diaz

