

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

19 ES	11 21	NUMERO 459.962	10 A 1
	22	FECHA DE PRESENTACION 21-6-77	

459962

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO			32 FECHA			33 PAIS		
25641/76			21 junio de 1976			Inglaterra		
47 FECHA DE PUBLICIDAD			51 CLASIFICACION INTERNACIONAL			62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA		
			C08G					
64 TITULO DE LA INVENCION								
PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE UNA COMPOSICION POLIAMIDICA DE MEZCLA MADRE.								
71 SOLICITANTE (S)								
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED								
DOMICILIO DEL SOLICITANTE								
Imperial Chemical House, Millbank, Londres SW1P 4QG, Inglaterra.								
72 INVENTOR (ES)								
JOHN MASLEN, ERIC NIELD.								
73 TITULAR (ES)								
74 REPRESENTANTE								
GOMEZ ACEBO.								

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar composiciones de poliamida y, en particular, para preparar composiciones de poliamida ignifugas.

5 La producción de composiciones de poliamida ignifugas puede dar lugar a problemas de producción cuando la poliamida es una que tiene un punto de fusión por encima de 250°C aproximadamente y cuando se requiere un elevado grado de ignifugacidad en la composición. Estas composiciones se producen normalmente mediante mezclado íntimo de los aditivos de la composición bajo condiciones de fusión en un mezclador 10 intensivo, tal como un extruder de tornillo, y extruyendo la composición en forma de un cordón el cual se corta eventualmente en gránulos. En este procedimiento se han experimentado dificultades cuando el nivel de aditivos es alto con respecto al contenido en polímero de la composición. Las condiciones 15 del mezclado intensivo necesarias para asegurar que los aditivos se humecten por la poliamida y se obtenga una composición uniforme, se pueden traducir en cierta degradación de la poliamida o descomposición o volatilización del ignifugo o ambos. 20 Estos problemas se intensifican cuando se emplean poliamidas que tienen un punto de fusión por encima de 250°C debido a que las elevadas fuerzas cortantes necesarias para lograr una dispersión adecuada de una alta concentración de aditivos en la poliamida se traduce probablemente en un sobrecalentamiento local en el extruder a causa del calentamiento por esfuerzo 25 cortante. Esto se puede traducir en que el producto final tenga un pobre color. El empleo de una poliamida finamente dividida mejora la facilidad de dispersión y reduce los problemas de sobrecalentamiento, pero este remedio aumenta el costo de procesado ya que es necesario incluir la etapa de pulverizar 30

la poliamida antes de la combinación. El empleo de temperaturas de procesado cercanas a la temperatura de volatilización de los aditivos ignifugos, puede dar lugar también a bloqueo en la ventilación del extruder a través de la cual se separan normalmente los materiales volátiles. El material atrapado en las ventilaciones bloqueadas está sujeto probablemente a un tratamiento térmico durante un tiempo considerablemente mas largo que el resto del material que pasa a través del extruder. Parte de este material puede re-entrar en el material que pasa a través del extruder causando una decoloración e incluso motas negras en los productos finales que salen del extruder.

Se ha propuesto incorporar las grandes cantidades de ignifugos requeridas para hacer que las composiciones termoplásticas sean resistentes a la combustión, mediante producción de una mezcla madre en la cual los aditivos ignifugos se incorporan en un elastómero. La mezcla madre se añade entonces al material termoplástico en la proporción requerida para hacer que el termoplástico sea resistente a la combustión. Sin embargo, la presencia de cantidades incluso pequeñas del elastómero puede afectar a las propiedades físicas de la composición termoplástica y puede hacer mas difícil la consecución del comportamiento requerido en la combustión.

Una composición de mezcla madre adecuada para mejorar el comportamiento en combustión de las poliamidas con un punto de fusión superior a unos 250°C, ha sido desarrollada ahora, cuya composición no causa una deterioración significativa en las propiedades físicas de la poliamida.

Por consiguiente, se proporciona una composición de mezcla madre de poliamida que comprende al menos 10% en peso de la composición de una poliamida con un punto de

fusión de 230°C o inferior y al menos 60% en peso, de la composición, de aditivos ignífugos halogenados. Los aditivos ignífugos halogenados pueden consistir totalmente en aditivos que contienen halógeno o pueden ser una mezcla de tales materiales con aditivos sinérgicos no halogenados.

Esta composición de mezcla madre es adecuada para el mezclado con una poliamida que tiene un punto de fusión superior a unos 250°C, tal como nylon 66, para la producción de una composición ignífuga.

Por consiguiente, se proporciona también una composición de poliamida ignífuga que comprende de 5 a 50%, preferiblemente 15 a 50%, en peso de una composición de mezcla madre de poliamida que consiste en al menos 10% en peso, de la composición de mezcla madre, de una poliamida que tiene un punto de fusión de 230°C o inferior y al menos 60% en peso, de la composición de mezcla madre, de aditivos ignífugos halogenados, de 95 a 50% en peso de una segunda composición de poliamida que comprende una poliamida con un punto de fusión superior a unos 250°C, tal como nylon 66 o un copolímero de nylon 66, y de 0 a 40% en peso, de la composición total, de otros aditivos, totalizando 100% el porcentaje combinado de composición de mezcla madre, segunda composición de poliamida y los otros aditivos.

Tanto la composición de mezcla madre como la segunda composición de poliamida pueden contener cualquiera de los aditivos convencionales, tales como materiales colorantes, lubricantes, estabilizadores térmicos y contra la luz, aditivos resistentes a la conducción eléctrica superficial, cargas reforzantes y no reforzantes, aunque es preferible que, cuando es necesario incluir elevadas concentraciones de cargas,

las mismas estén presentes en la segunda composición de poliamida. En adición, la composición total puede contener hasta 40% de estos aditivos además de cualquier aditivo presente en la mezcla madre o segunda composición de poliamida.

5 La composición ignífuga puede ser una mezcla simple seca de la composición de mezcla madre y segunda composición de poliamida, la cual se puede moldear por inyección directamente para formar artículos configurados. Alternativamente, la mezcla madre se puede combinar en un extruder junto con
10 la segunda composición de poliamida y opcionalmente con otros aditivos, tal como fibra de vidrio, para dar una mezcla combinada uniforme de los componentes. Es preferible usar una mezcla seca simple debido a que dicha mezcla se puede moldear por inyección directamente sin ulterior combinación, para proporcionar artículos configurados con propiedades mecánicas confi-
15 guradas cuando están presentes agentes reforzantes en la mezcla.

 El empleo de una poliamida que funde por debajo de 230°C como vehículo en la composición de mezcla madre, permite que los aditivos ignífugos halogenados u otros aditi-
20 vos se dispersen íntimamente por todo el vehículo con mucho menos riesgo de descomposición térmica de los ignífugos. El empleo de dicha poliamida a concentraciones por debajo de 10% en peso aproximadamente de la composición ignífuga final, no afecta significativamente a las propiedades mecánicas o comporta-
25 miento en combustión de la mezcla final. Las condiciones relativamente suaves requeridas para humectar los aditivos ignífugos aseguran que las mezclas ignífugas finales contengan probablemente menos cantidad de poliamida degradada o aditivos ignífugos degradados que una composición de poliamida convencio-
30 nal preparada por combinación de todos los aditivos en una sola

etapa de procedimiento. La baja probabilidad de que la poliamida degradada o aditivos degradados estén presentes en los productos de la invención, da lugar a productos de un color mejorado.

5 La poliamida de la composición de mezcla madre que funde por debajo de 230°C puede ser, por ejemplo, nylon 6, aunque es preferible que sea un copolímero de nylon 66 conteniendo una proporción principal de unidades hexametilendipamida, ya que cuando dicha poliamida se utiliza como vehículo de mezcla madre, se mantiene en un mínimo la proporción de poliamida distinta al nylon 66. Por ejemplo, cuando se emplea un copolímero de nylon 66:6 conteniendo aproximadamente 70% de nylon 66 como vehículo de mezcla madre, no existe dificultad alguna en preparar una mezcla final que sea ignífuga y que contenga solamente 1% en peso aproximadamente de la mezcla final de poliamida en forma de unidades de nylon 6. Los componentes de nylon 66 que funden por debajo de 230°C contienen generalmente no más de 80% en peso de unidades de nylon 66.

15 Si bien la composición de mezcla madre se puede mezclar con otra poliamida, es particularmente útil la mezcla con las poliamidas alifáticas de alto punto de fusión, particularmente nylon 66 y copolímeros de nylon 66 que funden por encima de unos 250°C, ya que como anteriormente se ha descrito existen dificultades de producción con la combinación directa de algunas composiciones ignífugas que contienen tales poliamidas. Los copolímeros de nylon 66 que funden por encima de unos 250°C no contienen generalmente menos de 90% en peso de unidades de nylon 66.

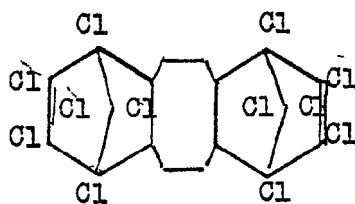
25 Los aditivos ignífugos de la composición de mezcla madre comprenden compuestos orgánicos halogenados que

30

5 contienen una proporción sustancial y con preferencia al menos 50% en peso de halógeno, opcionalmente junto con productos sinérgicos para mejorar la eficacia de los ignífugos. Tales productos sinérgicos están casi invariablemente presentes en las composiciones de poliamida ignífugas, pero podrá apreciarse que al estar también presentes en la mezcla madre, los mismos se pueden introducir en la composición ignífuga final como un constituyente de la segunda composición de poliamida o como un aditivo extra, particularmente cuando la composición final se prepara por combinación con extrusión. Tanto si el sinérgico está presente en la composición de mezcla madre o en la segunda composición de poliamida o como un aditivo extra, la relación en peso de material halogenado a producto sinérgico deberá ser preferiblemente de 5:1 a 1:2. Ignífugos particularmente adecuados para las poliamidas son los descritos en la patente Británica número 1.090.598. El material vendido por Hooker Chemical Corporation con el nombre comercial "Declo-

10 rane" que tiene la fórmula química:

15



20 es un ejemplo de un material descrito en la citada patente Británica. Los productos sinérgicos para los compuestos orgánicos halogenados se pueden seleccionar entre una variedad de compuestos bien conocidos para esta finalidad. Puede hacerse una mención particular de los óxidos de metales del grupo

25 Vb de la Tabla Periodica, tal como óxido de antimonio. Pueden usarse también óxidos de estaño, zinc, hierro y molibdeno así como borato de zinc. Estos productos sinérgicos se pue-

den utilizar simplemente, en mezcla o en forma de óxidos mixtos, tal como ferrita de zinc.

5 La concentración de aditivos ignifugos en la mezcla madre deberá de ser tan alta como sea posible para reducir al mínimo la cantidad de poliamida vehículo en la mezcla final de composición ignífuga. El límite superior de concentración de ignifugo se determina mediante la consideración práctica de la concentración mínima de poliamida vehículo requerida para humectar los aditivos ignifugos y cualquier otro aditivo
10 que pueda estar presente en la composición de mezcla madre. Si permanecen sin humectar cantidades significativas de aditivos, los gránulos producidos son demasiado frágiles para manipularse o pueden contener cantidades significativas de los aditivos en forma de polvo. En general, la concentración mas baja de poliamida que conseguirá esta función, es de 10% en peso
15 aproximadamente de la composición de mezcla madre, de modo que hasta un 90% en peso aproximadamente de la composición puede estar constituido por aditivos ignifugos. Sorprendentemente, dicha composición se puede mezclar con la segunda composición
20 de poliamida y moldearse por inyección para dar artículos conformados de composición uniforme, sin la necesidad de operaciones extra de combinación para asegurar un mezclado íntimo de los ignifugos. De hecho, dichos artículos directamente moldeados muestran propiedades mecánicas mejoradas y un color también
25 mejorado con respecto a los artículos moldeados a partir de composiciones similares preparadas mediante combinación de todos los ingredientes requeridos en la composición final y en un procedimiento de una sola etapa. Los artículos directamente moldeados a partir de mezclas secas de la mezcla madre y segunda poliamida, muestran también propiedades mecánicas superiores
30

res en relación con los artículos producidos a partir de la misma mezcla después de haberse combinado por extrusión para producir gránulos de una composición uniforme con anterioridad al moldeo por inyección.

5 La composición de los aditivos ignifugos en la mezcla madre dependerá de las propiedades requeridas en la composición mezclada final. En particular, la composición de ignifugos variará en función del grado de ignifugacidad requerido en los artículos moldeados a partir de la composición.

10 La ignifugacidad de artículos moldeados a partir de la composición se evalúa más adecuadamente por el método de Underwriters Laboratories conocido como norma de ensayo UL94. Utilizando el ensayo de combustión vertical de esta norma, las composiciones mezcladas de la invención deben tener preferiblemente

15 te una evaluación de por lo menos 94VI cuando se ensaya sobre muestras que tienen un espesor de 1,6 mm, condicionadas a una humedad relativa de 50% durante 48 horas o mantenidas a 70°C en un horno de aire durante una semana. Según un ejemplo típico, la composición de mezcla madre deberá contener aproximadamente

20 damente 20% de poliamida, 50% de ignifugo clorado, 25% de producto sinérgico ignifugo con aproximadamente 5% de ingredientes auxiliares tales como lubricantes, estabilizadores, etcétera (todos los porcentajes son en peso con respecto a la composición de mezcla madre). Como una guía grosera, se podría

25 preparar composiciones cargadas con vidrio con una evaluación de 94VI en el ensayo antes citado, mezclando aproximadamente 15 partes de esta composición de mezcla madre con 85 partes de una composición de nylon cargada con vidrio conteniendo 20-

30 94V0 usando aproximadamente 25 partes de la mezcla madre por

75 partes de compuesto cargado con vidrio. Con el fin de preparar mezclas sin cargar con los mismos niveles de ignifugacidad, se requerirían bastante mas cantidad de mezclamadre. Normalmente, para evaluaciones de 94VI y 94VO sobre composiciones sin cargar, se requeriría en la mezcla final un nivel de aproximadamente 25 a 30% en peso respectivamente de la mezcla madre. Como anteriormente se ha indicado, la composición de mezcla madre se puede mezclar en seco con una segunda composición de poliamida, conteniendo opcionalmente aditivos tales como fibra de vidrio. Alternativamente, la mezcla madre y la segunda poliamida se pueden combinar entre sí en un extruder, opcionalmente junto con aditivos tales como fibra de vidrio, de modo que la composición ignifuga final se produzca como una composición uniforme.

La mezcla madre y segunda poliamida de la composición final se producen preferiblemente en forma de gránulos ya que estos son relativamente fáciles de mezclar entre sí en esta forma para dar una composición adecuada para su moldeo por inyección directo a artículos configurados. Los componentes se pueden producir facilmente en forma granular extruyendo fundidos de las composiciones a través de una boquilla. El extruido se puede cortar entonces en gránulos del tamaño deseado. Para un componente de poliamida que contiene aditivos, el aparato para fusión y extrusión de la poliamida deberá tener una provisión para un mezclado intensivo de los componentes. Un aparato adecuado consiste en un extruder de un solo tornillo si bien para la preparación de la mezcla madre es preferible un mezclador mas intensivo tal como un extruder de doble tornillo o un extruder amasador, por ejemplo un amasador Buss Ko. El método mas conveniente para mezclar los granulos de los dos

componentes consiste en un simple tamboreo en un mezclador de extremo-sobre-extremo a causa de que esto preserva la integridad de los gránulos y se evita la formación de polvo y segregación en lo que sea posible. Deberá evitarse el mezclado en mezcladores de elevado esfuerzo cortante.

La invención se ilustra adicionalmente por los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

Se mezclan por tamboreo 4 Kg de polvo de nylon 6 con 10,4 Kg de "Dechlorane" 515 suministrado por Hooker Chemical Co, 4,54 Kg de óxido de zinc, 0,68 Kg de trióxido de antimonio con cantidades menores de lubricante y agente desprendedor del molde. La mezcla se alimenta a un amasador Buss Ko (Modelo PR46) que opera a una temperatura de cilindro de aproximadamente 225°C y que tiene un tornillo de baja compresión para fines generales, un cilindro con una relación longitud/diámetro de 7:1 y que tiene un juego de tacos mezcladores redondos dispuestos en filas a lo largo del cilindro a intervalos de 120°C. El PR46 tenía un extruder cabezal con un solo tornillo transportador con una longitud/diámetro de 3:1 y una boquilla de agujeros múltiples con un cortador frontal en la boquilla. El trozo producido se recoge en agua para enfriarlo.

Ejemplo 2

Se repite el procedimiento del ejemplo 1 utilizando una mezcla tamboreada de 4 Kg de nylon 6, 11,7 Kg de "Dechlorane" 515, 3,9 Kg de trióxido de antimonio y cantidades menores de lubricante y agente desprendedor del molde.

Ejemplo 3

Los gránulos de mezcla madre del ejemplo 1 se mezclan con granulos de nylon 66 conteniendo 33% en peso

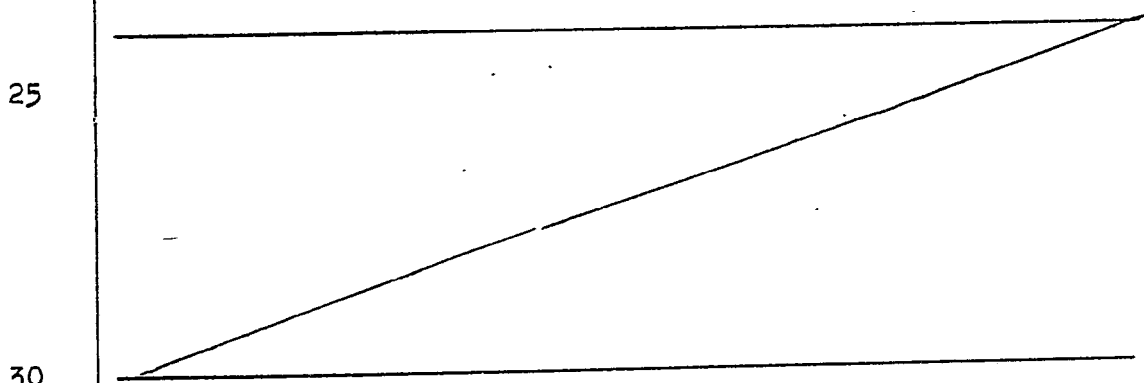
de fibra de vidrio corta en la proporción de 21 partes de mezcla madre por 79 partes de nylon 66 cargado con vidrio. Esta mezcla se moldea directamente por moldeo por inyección y se combina también en un extruder de un solo tornillo a 280°C.

5 El compuesto resultante se extruye como un cordón, se corta en gránulos y se enfria en agua. En un experimento comparativo adicional, los ingredientes individuales de la composición final se tamborean conjuntamente en las proporciones necesarias para proporcionar la composición de la mezcla final (a excepción del vehículo de nylon 6) y se combina entonces por extrusión en un extruder de un solo tornillo que funciona con una temperatura nominal de cilindro de 280°C. La siguiente tabla compara los resultados obtenidos a partir de muestras moldeadas por inyección producidas por:

15 (a) moldeo por inyección directo de la mezcla madre del ejemplo 1 y granulos de nylon 66 cargados con vidrio en una relación en peso de 21:79;

(b) moldeo por inyección después de la combinación por extrusión de la mezcla de (a); y

20 (c) moldeo por inyección de la composición idéntica a (a) y (b), excepto que se omite el vehículo de nylon 6, preparada mediante combinación en extrusión de una sola etapa.



Experimento	Composición	(a) Resistencia a la tracción MN/m ²	(b) Resistencia al impacto con entalladura KJ/m ²	(c) Ignifugacidad	
				50% HR 48 hr	700C 7 días
1	21 partes producto del ejemplo 1+79 partes granulos de nylon 66 cargados con vidrio.	137	6,0	VI	VI
2	Mezcla combinada por extrusión como anteriormente.	120	5,1	VI	VI
3	Igual composición que 1 y 2 preparada por combinación con extrusión en una sola etapa.	125	5,0	VI	VI

Experimento	Composición	Resistencia a la tracción MN/m ² (a)	Resistencia impact entall KJ
1	21 partes producto del ejemplo 1+79 partes granulos de nylon 66 cargados con vidrio.	137	6,
2	Mezcla combinada por extrusión como anteriormente.	120	5,
3	Igual composición que 1 y 2 preparada por combinación con extrusión en una sola etapa.	125	5,

Criterio	Composición	Resistencia a la tracción MN/m ² (a)	Resistencia al impacto con entalladura KJ/m ² (b)	Ignifugacidad (c)	
				50% HR 48 hr	70°C 7 días
1	21 partes producto del ejemplo 1+79 partes granulos de nylon 66 cargados con vidrio.	137	6,0	VI	VI
2	Mezcla combinada por extrusión como anteriormente.	120	5,1	VI	VI
3	Igual composición que 1 y 2 preparada por combinación con extrusión en una sola etapa.	125	5,0	VI	VI

(a) Medida usando el método ASTM D683-72.

(b) Medida usando el método ASTM D256-73 utilizando un radio de entalladura de 0,25 mm.

5 (c) Medida utilizando el ensayo de combustión vertical de Underwriters Laboratories según la norma Número 94, empleado muestras de 1,6 mm de espesor.

10 Estos resultados demuestran que se obtiene una resistencia mecánica mayor mediante el método de moldeo directo y que la composición proporciona una ignifugacidad que es indistinguible a partir de los otros métodos examinados. Igualmente, puede observarse que el material moldeado directamente proporciona artículos de moldeo mucho mas blancos.

Ejemplo 4

15 Los granulos de mezcla madre del ejemplo 2 se mezclan en la relación en peso 30:70 con granulos de nylon 66 y la mezcla se moldea por inyección para formar artículos configurados (a) mediante moldeo por inyección directo y (b) después de la combinación por extrusión como se ha descrito en el ejemplo 3. En un ejemplo comparativo, se moldea por inyección una composición idéntica, preparada mediante extrusión en una sola etapa de todos los ingredientes individuales a excepción del vehículo de nylon 6. Las propiedades mecánicas e ignifugas obtenidas a partir de las tres composiciones no fueron tan significativamente diferentes como las composiciones reforzadas comparadas en el ejemplo 3, pero la muestra moldeada directamente exhibe de nuevo un color mejorado. Los resultados obtenidos son los siguientes:

20

25

30



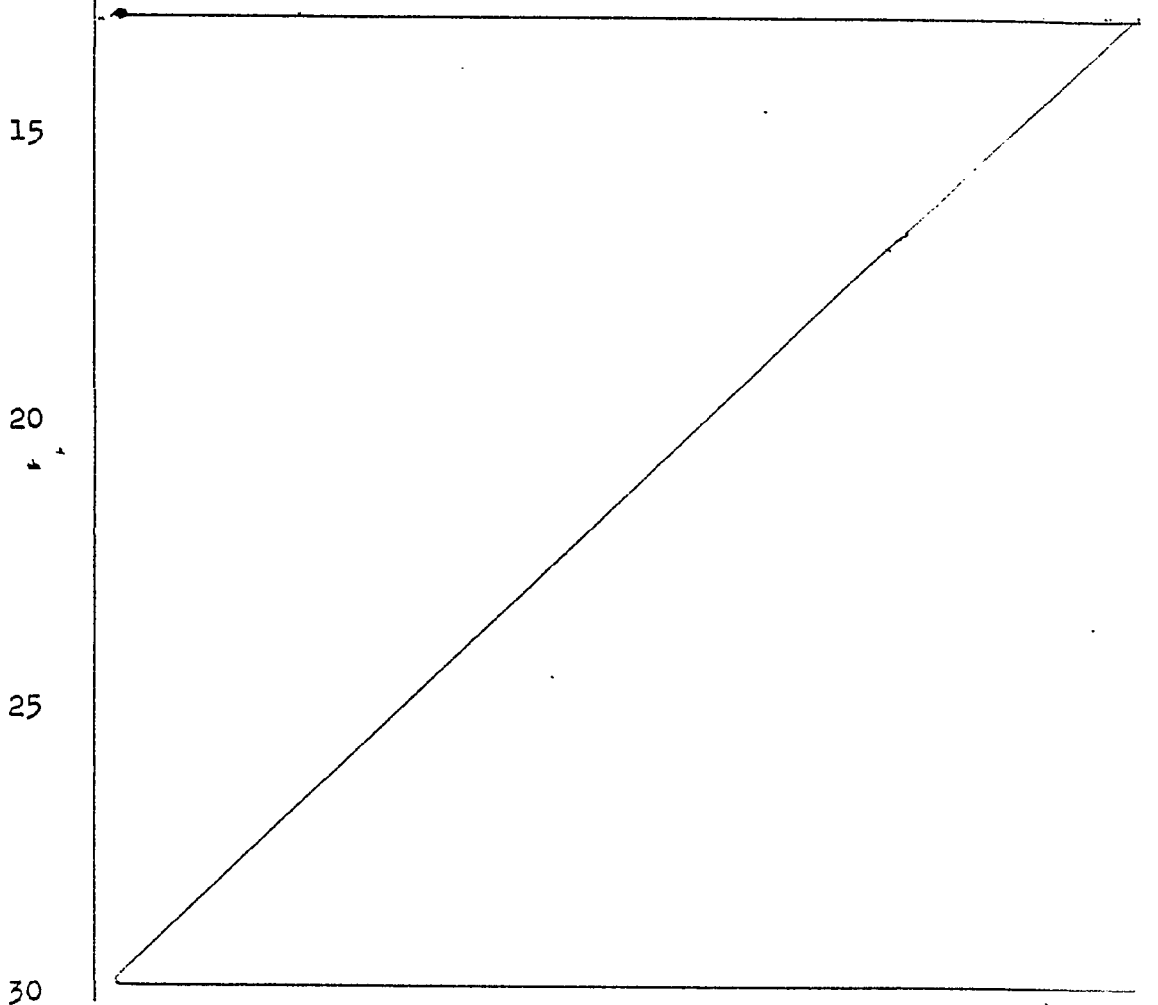
Experimento	Composición	Resistencia a la tracción (MN/m ²)	Resistencia al impacto con entalladura XJ/m ²	Ignifugacidad	
				50% HR 48 hr	70°C 7 días
4	(a) 30 partes producto del ejemplo 2 + 70 partes nylon 66	63	3,6	VO	VO
5	(b) Mezcla combinada por extrusión como anteriormente.	64	3,7	VO	VI
6	(c) Composición como (a) excepto que se omite el vehículo de nylon 6, combinación por extrusión en una sola etapa.	52	3,2	VO	VO

Experimento	Composición	Resistencia a la tracción (MN/m ²)	Resistencia impacto entalla KJ/
4	(a) 30 partes producto del ejemplo 2 + 70 partes nylon 66	63	3
5	(b) Mezcla combinada por extrusión como anteriormente.	64	3
6	(c) Composición como (a) excepto que se omite el vehículo de nylon 6, combinación por extrusión en una sola etapa.	52	3

nto	Composición	Resistencia a la tracción (MN/m ²)	Resistencia al impacto con entalladura KJ/m ²	Ignifugacidad	
				50% HR 48 hr	70°C 7 días
	(a) 30 partes producto del ejemplo 2 + 70 partes nylon 66	63	3,6	VO	VO
	(b) Mezcla combinada por extrusión como <u>an</u> teriormente.	64	3,7	VO	VI
	(c) Composición como (a) excepto que se omite el vehículo de nylon 6, combinación por extrusión en una sola etapa.	52	3,2	VO	VO

Ejemplo 5

Los granulos de mezcla madre del ejemplo 2 se mezclan con granulos de nylon 66 cargados con vidrio conteniendo 40% de fibra de vidrio en la proporcion en peso de 30 de mezcla madre por 70 de nylon cargado con vidrio. El ensayo comparativo en la forma descrita en el ejemplo 3 demuestra que se obtiene una ignifugacidad de 94 VO para los productos de los tres métodos de preparación de artículos moldeados. La resistencia a la tracción y color de los artículos moldeados por inyección directamente son superiores a las exhibidas cuando se utilizan los otros métodos de preparación, como puede observarse en la siguiente tabla.



Experimento	Composición	Resistencia a la tracción (MN/m ²)	Resistencia al impacto con entalladura (KJ/m ²)	Ignifugacidad	
				50% HR 48 hr	70% 7 días
7	30 partes pro- ducto del ejem- plo 2 70 partes ny- lon cargado con vidrio	135	7,3	VO	VO
8	Como antes, combinada por extrusión	115	6,0	VO	VO
9	Como antes, omitiendo vehí- culo de nylon 6, combinación por extrusión en una sola etapa	121	7,0	VO	VO

Experimento	Composición	Resistencia a la tracción (MN/m ²)	Resist impact entall (KJ/m)
7	30 partes producto del ejemplo 2 70 partes nylon cargado con vidrio	135	7,
8	Como antes, combinada por extrusión	115	6,
9	Como antes, omitiendo vehículo de nylon 6, combinación por extrusión en una sola etapa	121	7,

Experimento	Composición	Resistencia a la tracción (MN/m ²)	Resistencia al impacto con entalladura (KJ/m ²)	Ignifugacidad	
				50% HR 48 hr	70°C 7 días
7	30 partes producto del ejemplo 2 70 partes nylon cargado con vidrio	135	7,3	VO	VO
8	Como antes, combinada por extrusión	115	6,0	VO	VO
9	Como antes, omitiendo vehículo de nylon 6, combinación por extrusión en una sola etapa	121	7,0	VO	VO

Ejemplo 6

En un molino calentado con vapor de agua, a 140-160°C, se prepara una composición de mezcla madre ignífuga que contiene 20% en peso de polietileno. La composición ignífuga contiene 80% de "Dechlorane" 515, óxido de zinc y estearato de zinc en una relación de 11:5,5:0,5. Esta mezcla madre se combina entonces por extrusión con fibra de vidrio y granulos de nylon 66. Los granulos producidos se moldean por inyección para formar artículos configurados. La siguiente tabla registra los resultados del ensayo sobre los artículos conformados. Se lleva a cabo también un experimento de control omitiendo el polietileno pero trabajando por otra parte con los mismos ingredientes, mediante un procedimiento de extrusión en una sola etapa.

15

Composición	Resistencia a la tracción MN/m ²	UL94 50% HR durante 48 horas	
		Medida	Máxima
28% en peso de fibra de vidrio: 21% en peso de mezcla madre: 51% en peso de un copolimero de nylon 66,6 conteniendo 3% de nylon 6 (basado en el copolimero)	109	60	72
Control	120	17	26

20

25

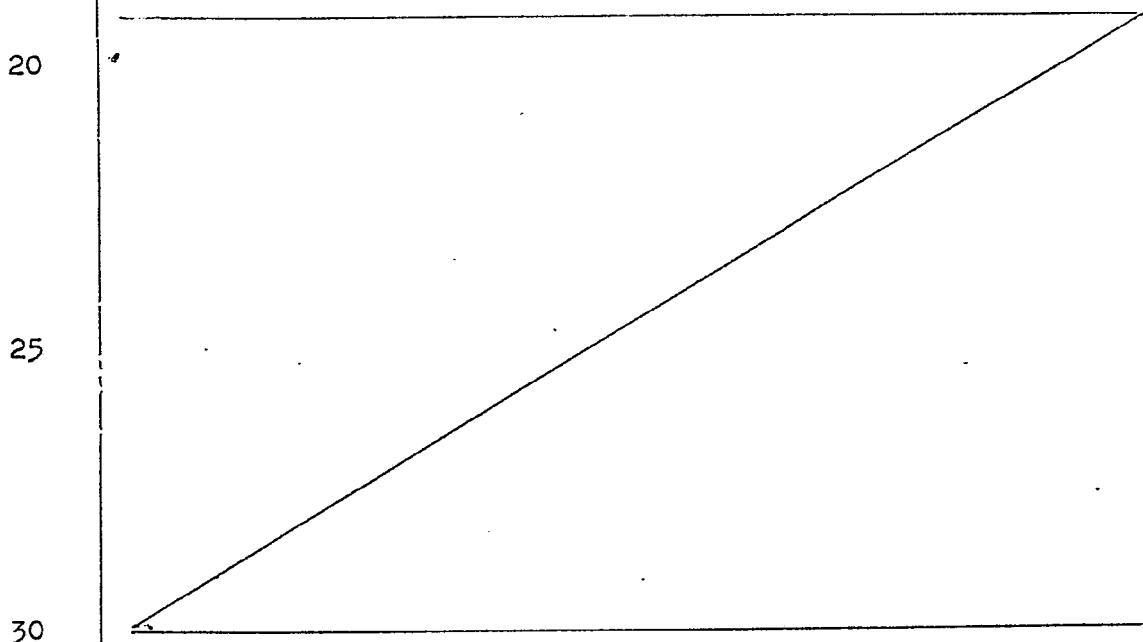
30

Los resultados del ensayo de combustión, mostrados como tiempos de combustión en promedio y máximos (en segundos), demuestran que la muestra de control tiene una evalua-

ción de 94 VI. En comparación, la misma composición conteniendo aproximadamente 4% de polietileno como vehículo ignífugo, tiene un comportamiento en combustión mucho mas pobre y tiene una evaluación peor que 94 V2.

5 Ejemplo 7

Se preparan mezclas madre que tienen las mismas composiciones que en los ejemplos 1 y 2 excepto que el nylon 6 se sustituye por un copolimero de nylon 66.6 conteniendo los monómeros en una relación de 73:27. Se obtienen composiciones mezclando con nylon 66 y nylon 66 reforzado con vidrio siguiendo el procedimiento y empleando las composiciones de los ejemplos 3, 4 y 5. Se encuentra que el copolimero que contiene mezcla madre es marginalmente superior en algunos aspectos a los basados en nylon 6, con la ventaja de que las mezclas finales producidas contienen solamente uno o 2% de poliamida en forma de unidades de nylon 6. Los resultados obtenidos por moldeo por inyección directo de las composiciones correspondientes a las de los ejemplos 3 y 5, son los siguientes:



Ejemplo	Composición	Resistencia a la tracción (MN/m ²)	Resistencia al impacto con entalladura (KJ/m ²)	Ignifugacidad	
				50%HR 48 hr	70°C 7 días
10	21 partes producido ejemplo 1 con sustitución del vehículo de nylon 6 por copolimero de nylon 66.6 73:27 + 79 partes nylon cargado con vidrio (33% en peso de vidrio)	139	9,1	VI	VI
11	30 partes producido ejemplo 2 con sustitución del vehículo de nylon 6 por copolimero de nylon 66.6 73:27 + 70 partes nylon cargado con vidrio (40% vidrio).	134	8,2	VO	VO

200

Ejemplo	Composición	Resistencia a la tracción (MN/m ²)	Resistencia a impacto entallado (KJ/m ²)
10	21 partes producto ejemplo 1 con sustitución del vehículo de nylon 6 por copolimero de nylon 66.6 73:27 + 79 partes nylon cargado con vidrio (33% en peso de vidrio)	139	9,1
11	30 partes producto ejemplo 2 con sustitución del vehículo de nylon 6 por copolimero de nylon 66.6 73:27 + 70 partes nylon cargado con vidrio (40% vidrio).	134	8,2

700

Composición	Resistencia a la tracción (MN/m ²)	Resistencia al impacto con entalladura (KJ/m ²)	Ignifugacidad	
			50%HR 48 hr	70°C 7 días
21 partes producto ejemplo 1 con sustitución del vehículo de nylon 6 por copolimero de nylon 66.6 73:27 + 79 partes nylon cargado con vidrio (33% en peso de vidrio)	139	9,1	VI	VI
30 partes producto ejemplo 2 con sustitución del vehículo de nylon 6 por copolimero de nylon 66.6 73:27 + 70 partes nylon cargado con vidrio (40% vidrio).	134	8,2	VO	VO

Ejemplo 8

Se prepara una composición de mezcla madre de acuerdo con el método del ejemplo 1, para dar granulos que contienen 20% en peso de un copolimero de nylon 66.6 73:27, 25,9% de oxido de zinc, 51,8% en peso de "Dechlorane" 515 y 2,35% de estearato de zinc.

Ejemplo 9

Se mezclan 21 partes en peso del producto del ejemplo 8 con 79 partes de granulos de nylon 66 reforzados con fibra de vidrio, conteniendo 33% en peso de vidrio. La mezcla se moldea por inyección directamente y se ensaya por el método anteriormente indicado. Se obtiene una resistencia a la tracción de 127 MN/m², una resistencia al impacto con entalladura de 5,2 KJ/m² y una evaluación UL94 de VI. El color de los artículos moldeados es mejor que el color de los artículos formados a partir de la misma composición que había sido totalmente combinada en una sola operación.

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.

25

30

REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento de obtención de una composición poliamídica de mezcla madre, caracterizado porque comprende combinar al menos 10% en peso, de la composición, de una poli-
amida que tiene un punto de fusión de 230°C o inferior, con al
menos 60% en peso, de la composición, de aditivos ignifugos.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los aditivos ignifugos comprenden una mezcla de compuestos orgánicos halogenados y un producto sinérgico para los compuestos halogenados.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque la poliamida es nylon 6 o un copolímero de nylon 66.

15 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se mezcla al menos 60% en peso de compuestos orgánicos halogenados y un producto sinérgico para los compuestos halogenados, siendo la relación en peso de compuestos halogenados a producto sinérgico de 5:1 a 1:2.

20 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se combina de 5 a 50% en peso de la composición de poliamida de mezcla madre resultante, con 95 a 50% en peso de una segunda composición de poliamida que comprende una poliamida con un punto de fusión de al menos 250°C y con
25 0 a 40% en peso, de la composición total, de otros aditivos, totalizando 100% el porcentaje combinado de composición de mezcla madre, segunda composición de poliamida y otros aditivos.

30 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque se combina de 15 a 50% en peso de composición

ME

mezcla madre de poliamida.

7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 5 y 6, caracterizado porque la poliamida de la segunda composición de poliamida es un polímero o copolímero de nylon 66.

5 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, caracterizado porque consiste en una mezcla seca de gránulos de la composición de mezcla madre y gránulos de la segunda composición de poliamida.

10 9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los materiales ignífugos comprenden una mezcla de al menos un compuesto orgánico clorado y un producto sinérgico elegido entre al menos uno de los óxidos de antimonio, estaño, zinc, hierro y molibdeno, óxidos mixtos de los anteriores y borato de zinc.

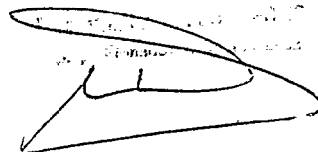
15 10.- Procedimiento de obtención de una composición poliamídica de mezcla madre, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta memoria consta de 23 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

1977

20 IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.



mke