

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 379 505**

51 Int. Cl.:

C08J 3/00 (2006.01)

B29C 47/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07759549 .4**

96 Fecha de presentación: **28.03.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **1999190**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **10.12.2008**

54 Título: **Procedimiento para obtener disoluciones de poli(alfa-olefina) de peso molecular elevado, y procedimiento para obtener artículos**

30 Prioridad:
30.03.2006 US 393218

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
26.04.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
26.04.2012

73 Titular/es:
**HONEYWELL INTERNATIONAL INC.
101 COLUMBIA ROAD
MORRISTOWN, NJ 07962, US**

72 Inventor/es:
**TAM, Thomas Y-T;
ZHOU, Qiang;
YOUNG, John A.;
ARNETT, Charles R.;
BRODIE, John D.;
TWOMEY, Conor J.;
WAGNER, Lori L. y
KAVESH, Sheldon**

74 Agente/Representante:
Lehmann Novo, Isabel

ES 2 379 505 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 obtener disoluciones de poli(alfa-olefina) de peso molecular elevado, y procedimiento para obtener artículos

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

5 1. Campo de la invención

La invención se refiere a un procedimiento para la preparación continua de disoluciones de poli(alfa-olefina) de peso molecular elevado, y a un procedimiento para obtener artículos moldeados.

2. Descripción de la técnica relacionada

10 En la técnica anterior se han descrito varios procedimientos para el hilado en disolución de polímeros de peso molecular elevado. El hilado en disolución de polietileno de peso molecular elevado se describió en las patentes de los Estados Unidos (USPs) 4.413.110, 4.344.908, 4.430.383 y 4.663.101, por ejemplo, todas las cuales se incorporan aquí como referencia en el grado en que no sean incompatibles aquí. El hilado en disolución de polialcohol vinílico de peso molecular elevado y de poliacrilonitrilo de peso molecular elevado se describió en las patentes de los Estados Unidos (USPs) 4.440.711 y 4.883.628, respectivamente.

15 Los métodos de preparación continua de disoluciones de polímeros de peso molecular elevado conjuntamente con el hilado en disolución se describieron en las USPs 4.413.110, 4.440.711, 4.663.101, 4.668.717, 4.478.820, 4.883.628, 5.032.338, WO 2005/066400, WO 2005/066401, y en la publicación titulada "Suspension Spinning of Ultra-high Molecular Weight Polyethylene" de J. Smook y A.J. Pennings, *Polymer Bulletin*, 10, 291-297 (1983).

20 La USP 4.413.110 describe un procedimiento en el que se formó en una primera vasija una suspensión de polietileno de peso molecular elevado. Con un tiempo de permanencia suficiente, la suspensión se convirtió en una disolución en una mezcladora intensa. La disolución de polímero se alimentó a una extrusora, y después a una hilera por medio de una bomba de engranajes.

25 La USP 4.668.717 describe un procedimiento en el que una suspensión de polietileno de peso molecular elevado en decalina a temperatura ambiente se alimentó a una extrusora de dos tornillos cogiratorios que tiene secciones de mezclamiento y de transporte alternas. Con suficiente tiempo de permanencia, velocidad de cizallamiento y temperatura, se formó una disolución del polímero en la extrusora y se suministró a una abertura, opcionalmente a través de una bomba de engranajes. Los documentos WO 2005/066400 y WO 2005/066401 describen el uso de una extrusora de doble tornillo para formar una disolución de polímero conjuntamente con condiciones de hilatura y estirado particulares.

30 La USP 4.784.820 describe un procedimiento en el que se formó una suspensión de polímero de peso molecular elevado que se transfirió a presión por medio de una bomba de desplazamiento positivo a una extrusora de tornillo. Con suficiente tiempo de permanencia y temperatura, se formó una disolución en la extrusora y se alimentó a una hilera por medio de una bomba medidora.

35 La USP 5.032.338 describe dos procedimientos. En un procedimiento, se formó una suspensión de polietileno de peso molecular elevado en una vasija mezcladora, y después se hizo pasar a través de un tubo en espiral calentado y directamente a una hilera. En un segundo procedimiento, se formó una suspensión de polietileno de peso molecular elevado en una vasija mezcladora. La suspensión se hizo pasar a través de un precalentador durante un tiempo y temperatura suficientes para disolver 5 a 50% del polímero. El procedimiento de disolución se completó en una extrusora de tornillo, y la disolución se hizo pasar a una bomba de engranajes y a una hilera. La distribución de tamaños de partículas de polietileno fue tal que al menos 75% en peso de las partículas estuvieron en el intervalo de 100 a 400 micrómetros de tamaño.

40 La publicación mencionada anteriormente, de J. Smook y A.J. Pennings, describe la preparación semicontinua de disoluciones de peso molecular elevado. Se formó una suspensión de polvo de polietileno en una disolución de estearato de aluminio en un disolvente mixto que consiste en 80/20 v/v de aceite de parafina/1,2,4-triclorobenceno que tiene una densidad pareja con la densidad del polietileno. La disolución de polietileno se formó bombeando esta suspensión a través de un tubo en espiral calentado, con un tiempo de permanencia de alrededor de 30 minutos. Se observó que había que tener un cuidado especial para evitar el tamponamiento del tubo.

50 Cada una de las patentes y publicaciones citadas anteriormente representaron un progreso en el estado de la técnica. Sin embargo, ninguna describió el procedimiento específico de esta invención, y ninguna satisfizo todas las necesidades satisfechas por esta invención. Estos métodos primitivos tuvieron varias desventajas. Las mezcladoras intensas y las extrusoras de tornillo descritas por varias de las patentes de la técnica anterior tienen un gran consumo tanto de capital como de energía. Son dispositivos excelentes para el mezclamiento distributivo, pero son dispositivos muy costosos para la provisión de tiempo de permanencia. A fin de proporcionar un tiempo de

permanencia suficiente para la terminación del procedimiento de disolución en estos dispositivos, los caudales y las capacidades de producción están infrutilizados. Los recipientes de disolución tubulares descritos por USP 5.032.338 y el artículo mencionado anteriormente de Smook y Pennings fueron sensibles a la distribución de los tamaños de partículas del polímero, y/o fueron objeto de taponamiento.

- 5 Existe la necesidad de un procedimiento robusto por cuanto sea capaz de producir materiales fuertes a una capacidad de producción elevada, sea sensible a la distribución de tamaños de partículas del polímero, y sea conservador con respecto a los requisitos de capital y energía.

SUMARIO DE LA INVENCION

10 La invención es un procedimiento de productividad elevada para la preparación continua de disoluciones de poli(alfa-olefinas) de peso molecular ultraelevado, y artículos moldeados obtenidos a partir de ellas. Para los fines de la invención, una poli(alfa-olefina) de peso molecular ultraelevado (en lo sucesivo abreviada opcionalmente aquí como UHMW PO) se define como aquella que tiene una viscosidad intrínseca, medida en decalina a 135°C, de 5 a 45 dl/g. La UHMW PO puede ser un homopolímero, tal como, por ejemplo, polietileno, polipropileno, polibuteno-1, o puede ser un copolímero de alfa-olefinas, o puede consistir en al menos 50% en moles de un monómero de alfa-olefina
15 copolimerizado con un monómero no olefínico.

En una primera realización, la invención es un procedimiento para la preparación continua de disoluciones que comprenden hasta 50% en peso de UHMW PO que tiene una viscosidad intrínseca de 5 a 45 dl/g medida en decalina a 135°C, que comprende las etapas de:

- 20 a) formar una suspensión de partículas de UHMW PO en un disolvente para la UHMW PO a una primera temperatura que está por debajo de la temperatura a la que las partículas de UHMW PO se disolverán en el disolvente;
- 25 b) procesar la suspensión a través de una extrusora que opera de manera que se forma una mezcla del disolvente y la UHMW PO a una segunda temperatura por encima de la temperatura de fusión de la UHMW PO, y el caudal de UHMW PO en la mezcla es al menos la cantidad $2,5 D^2$ ($2,5 \times D \times D$) gramos por minuto, en la que D representa el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros;
- 30 c) opcionalmente, descargar la mezcla de la extrusora a través de una bomba de desplazamiento positivo;
- d) hacer pasar la mezcla a través de una vasija calentada a una temperatura por encima de la temperatura de fusión de la UHMW PO, teniendo la vasija un volumen de manera que el tiempo medio de permanencia de la mezcla en la vasija es de 2 a 120 minutos, con lo que se forma una disolución de la UHMW PO.

En otra realización, la invención es un procedimiento para la preparación continua de artículos moldeados a partir de suspensiones de UHMW PO, que comprende las etapas:

- 35 a) formar una suspensión de partículas de UHMW PO que tiene una viscosidad intrínseca, medida en decalina a 135°C, de 5 a 45 dl/g en un disolvente para la UHMW PO a una primera temperatura que está por debajo de la temperatura a la cual las partículas de UHMW PO se disolverán en el disolvente;
- 40 b) procesar la suspensión a través de una extrusora que opera de manera que se forma una mezcla del disolvente y la UHMW PO a una temperatura por encima de la temperatura de fusión de la UHMW PO, y el caudal de UHMW PO en la mezcla es al menos la cantidad $2,5 D^2$ ($2,5 \times D \times D$) gramos por minuto, en la que D representa el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros;
- 45 c) opcionalmente, descargar la mezcla de la extrusora a través de una bomba de desplazamiento positivo;
- d) hacer pasar la mezcla a través de una vasija calentada a una temperatura por encima de la temperatura de fusión de la UHMW PO, teniendo la vasija un volumen de manera que el tiempo medio de permanencia de la mezcla en la vasija es de 2 a 120 minutos, con lo que se forma una disolución de la UHMW PO;
- 50 e) hacer pasar la disolución así formada hacia fuera de la vasija a través de una bomba de desplazamiento positivo y a través de un orificio de moldeo, estando la disolución a una temperatura por debajo del punto de ebullición atmosférico del disolvente, para formar un artículo en disolución moldeado;
- f) opcionalmente, estirar el artículo en disolución moldeado;

- g) enfriar el artículo en disolución moldeado para formar un artículo en gel moldeado;
- h) opcionalmente estirar el artículo en gel moldeado;
- i) eliminar el disolvente del artículo en gel moldeado para formar un artículo sólido moldeado; y
- j) opcionalmente estirar el artículo sólido en una o más etapas a temperaturas de 25°C a 165°C.

5 La invención es útil para obtener artículos de gel moldeados y artículos sólidos moldeados.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La preparación de disoluciones de UHMW PO no es una tarea trivial. Una de las dificultades reside en la determinación de cuándo se ha formado una disolución. Algunos trabajadores de la técnica anterior han supuesto que la formación de un líquido transparente era una indicación del punto final del proceso de disolución, y prueba de homogeneidad. La falacia de esta suposición se ilustró en un estudio de disolución de una partícula única de polietileno de peso molecular ultraelevado, de alrededor de 150 micrómetros de diámetro, en un disolvente estático en un microscopio de etapa caliente (M. Rammoorthy, Honeywell International Inc. trabajo sin publicar). A medida que la temperatura de la etapa caliente se aproximó al punto de fusión del polietileno, la partícula gradualmente "se disolvió" aparentemente en sus bordes exteriores, y después desapareció de la vista a lo largo de un intervalo estrecho de temperaturas y en un tiempo corto. Sin embargo, cuando la etapa caliente se enfrió, la partícula volvió a cristalizar y volvió a aparecer. Después de todo, no se había disuelto. Aparentemente, la partícula se había fundido simplemente, sin disolverse. En el estado fundido, la partícula no se pudo ver debido a que el índice de refracción del polietileno fundido estaba muy próximo al del disolvente. De este modo, la aparición de un líquido transparente no fue una indicación de que el polietileno de peso molecular ultraelevado se había disuelto, y no fue una indicación de que se había formado una "disolución homogénea".

Para formar una disolución de UHMW PO, son axiomáticas dos condiciones. En primer lugar, la temperatura debe estar próxima o por encima de la temperatura de fusión del polímero cristalino. En segundo lugar, se debe permitir un tiempo suficiente para que el disolvente se difunda en el polímero, y para que el polímero se difunda en el disolvente.

La situación se hace más compleja cuando se trabaja con una multitud de partículas, como por ejemplo a concentraciones de UHMW PO por encima de alrededor de 2% en peso. Cuando se calienta una suspensión de partículas de UHMW PO en un disolvente hasta una temperatura próxima al punto de fusión del polímero, las partículas coalescen y se aglomeran. La mezcla de disolvente/polímero comprende entonces dominios tanto de concentraciones muy elevadas como muy bajas de polímero, teniendo los diferentes dominios viscosidades radicalmente diferentes. Este problema parece que no ha sido reconocido por otros.

Se puede considerar que la tarea de preparar disoluciones de UHMW PO a concentraciones de alrededor de 2% en peso hasta alrededor de 50% en peso tiene las siguientes etapas:

1. Formar una suspensión, es decir, una dispersión de las partículas del polímero sólido, en un disolvente capaz de disolver el polímero.
2. Calentar la suspensión para fundir el polímero y formar una mezcla líquida en condiciones de mezclado distributivo y dispersivo intenso con vistas a reducir los tamaños de dominios de polímero fundido y disolvente en la mezcla hasta dimensiones microscópicas.
3. Permitir un tiempo suficiente para que se produzca la difusión del disolvente en el polímero y del polímero en el disolvente.

En los procedimientos de la técnica anterior, las etapas tanto segunda como tercera se intentaron lograr en dispositivos de mezclado intensivos, tales como extrusoras, operando estos dispositivos a una capacidad menor de su flujo, a fin de proporcionar un tiempo de permanencia. El resultado fue un uso ineficaz de las capacidades productivas de estas máquinas de gran consumo de capital y de energía. La capacidad de una extrusora aumenta según aproximadamente el cuadrado del diámetro del tornillo. Una medida de la eficiencia para una operación de extrusión es por lo tanto la proporción entre el caudal de polímero y el cuadrado del diámetro del tornillo. La presente invención es un procedimiento que es conservativo tanto para requisitos de capital como de energía, y que es capaz de producir materiales fuertes a una capacidad de producción elevada.

En una realización, la invención es un procedimiento para la preparación continua de disoluciones que comprenden hasta 50% en peso de UHMW PO que tiene una viscosidad intrínseca, medida en decalina a 135°C de 5 a 45 dl/g, que comprende las etapas de:

- a) formar una suspensión de UHMW PO en un disolvente para la UHMW PO a una primera temperatura

que está por debajo de la temperatura a la que la UHMW PO se disolverá en el disolvente;

- 5 b) procesar la suspensión a través de una extrusora que opera de manera que se forma una mezcla del disolvente y la UHMW PO a una segunda temperatura por encima de la temperatura de fusión de la UHMW PO, y el caudal de UHMW PO en la mezcla es al menos la cantidad $2,5 D^2$ ($2,5 \times D \times D$) gramos por minuto, en la que D representa el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros;
- c) opcionalmente, descargar la mezcla de la extrusora a través de una bomba de desplazamiento positivo;
- 10 d) hacer pasar la mezcla a través de una vasija calentada a una temperatura por encima de la temperatura de fusión de la UHMW PO, teniendo la vasija un volumen de manera que el tiempo medio de permanencia de la mezcla en la vasija es de 2 a 120 minutos, con lo que se forma una disolución de la UHMW PO.

El procedimiento de productividad elevada de la invención produce disoluciones de UHMW PO de uniformidad y homogeneidad mejoradas en comparación con la técnica anterior, como se evidencia por la capacidad para producir fibras más fuertes a partir de ellas.

15 Preferiblemente, en el procedimiento de la invención, el tiempo medio de permanencia de la mezcla en extrusora es como máximo la cantidad $0,6 D$ ($0,6 \times D$), en la que D es el diámetro del tornillo, en centímetros. Más preferiblemente, el tiempo medio de permanencia de la mezcla en extrusora es como máximo la cantidad $0,4 D$. El tiempo medio de permanencia se define como el volumen libre de la extrusora (barril menos tornillo) dividido entre el caudal volumétrico, por ejemplo, volumen libre, en cm^3 , dividido entre el caudal en $\text{cm}^3/\text{min.}$, produciendo un tiempo medio de permanencia, en minutos.

20 Preferiblemente, en el procedimiento de la invención, el caudal de UHMW PO es al menos $4 D^2$ gramos/min., en el que D es el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros. Más preferiblemente, el caudal de UHMW PO es al menos $6 D^2$ gramos/min., en el que D es el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros. Aún más preferiblemente, el caudal de UHMW PO es al menos $10 D^2$ gramos/min., en el que D es el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros. Actualmente, el procedimiento de la invención ha logrado un múltiplo de $15,8 D^2$. Sin embargo, a medida que el procedimiento de la invención aumenta en escala y se hace más eficiente, se anticipa que se lograrán múltiplos aún mayores, tales como $20 D^2$, $30 D^2$ y $40 D^2$. Lo más preferible, el caudal de UHMW PO es de $2,5 D^2$ a $40 D^2$ gramos/min., en el que D es el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros.

25 La extrusora empleada en el procedimiento de la invención tiene como función la transformación de una suspensión de un polímero en una mezcla íntima de polímero fundido y disolvente, idealmente con tamaños de dominios de dimensiones microscópicas. La extrusora debe tener suficientes capacidades de calentamiento y mezclado distributivo para lograr este objetivo. La extrusora puede ser una extrusora de un solo tornillo, o puede ser una extrusora de dos tornillos no engranados entre sí, o una extrusora de dos tornillos engranados entre sí que giran en sentido contrario. Preferiblemente, la extrusora empleada en el procedimiento de la invención es una extrusora de dos tornillos engranados entre sí que giran en el mismo sentido. Preferiblemente, los elementos del tornillo de la extrusora de dos tornillos engranados entre sí que giran en el mismo sentido son elementos de transporte hacia delante.

30 La mezcla líquida producida en la extrusora se descarga en una vasija calentada, opcionalmente a través de una bomba de desplazamiento positivo, tal como una bomba de engranajes. La vasija calentada proporciona el tiempo de permanencia necesario para permitir la transformación de la mezcla íntima de polímero/disolvente en una disolución verdadera. Un tiempo de permanencia demasiado corto evita la formación de una disolución completa. Un tiempo de permanencia demasiado largo puede conducir a la degradación del polímero. Preferiblemente, el tiempo medio de permanencia en la vasija es de 2 a 90 minutos. Más preferiblemente, el tiempo medio de permanencia en la vasija es de 4 a 60 minutos. El tiempo medio de permanencia se define como el volumen interno de la vasija dividido entre el caudal volumétrico, por ejemplo volumen en cm^3 dividido entre el caudal en $\text{cm}^3/\text{min.}$, produciendo un tiempo medio de permanencia, en minutos.

35 La vasija calentada puede tener cualquier forma, con tal de que su volumen interno sea suficiente para proporcionar el tiempo necesario de permanencia. Sin embargo, es deseable que la distribución del tiempo de permanencia en la vasija sea tan estrecha como sea posible. Se prefiere que la vasija sea una tubería calentada. La tubería calentada puede ser una longitud lineal de tubería, o puede tener recodos, o puede ser una bobina helicoidal. Puede comprender secciones de diferentes longitudes y diámetros, escogidas de forma que la caída de presión a través de la tubería no sea excesiva. Puesto que la mezcla de polímero/disolvente que entra en la tubería es muy pseudoplástica, se prefiere que la tubería calentada contenga una o más mezcladoras estáticas para redistribuir el flujo a través de la sección transversal de la tubería a intervalos, y/o para proporcionar dispersión adicional.

55 El calentamiento se puede proporcionar mediante encamisado externo y circulación de fluido de transferencia de calor, o la tubería se puede calentar eléctricamente mediante el contacto con elementos de resistencia, o la tubería

se puede calentar mediante acoplamiento por inducción a una fuente de energía. Se prefiere que el calentamiento se realice mediante circulación externa de un fluido de transferencia de calor.

5 La productividad del procedimiento de la invención y las propiedades de los artículos producidos dependen de la concentración de la disolución de UHMW PO y del grado de aproximación a una disolución homogénea ideal. Concentraciones más elevadas de polímero proporcionan el potencial de mayor productividad, pero también son más difíciles de disolver. Preferiblemente, la concentración de UHMW PO en la disolución es de 2 a 30% en peso (2 a 30 por ciento de UHMW PO por peso de disolución). Más preferiblemente, la concentración de UHMW PO en la disolución es de 5 a 20% en peso.

10 Preferiblemente, la UHMW PO es un polietileno lineal que tiene una viscosidad intrínseca de 9 a 30 dl/g medida en decalina a 135°C. Generalmente, se obtienen mayores propiedades de fibra a partir de polietileno que tiene una mayor viscosidad intrínseca, pero a mayor viscosidad intrínseca el proceso de disolución requerirá generalmente tiempos de permanencia más prolongados.

Preferiblemente, el polietileno lineal tiene menos de dos grupos sustituyentes por 1000 átomos de carbono, y más preferiblemente menos de un grupo sustituyente por 1000 átomos de carbono.

15 El disolvente empleado en el procedimiento de la invención se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en alifáticos, aromáticos, cicloalifáticos, alifáticos halogenados, aromáticos halogenados, cicloalifáticos halogenados, y sus mezclas. Más preferiblemente, el disolvente se selecciona del grupo que consiste en aceite mineral y decalina, o su mezcla.

20 La formación de la suspensión de UHMW PO en el disolvente se puede realizar en un tanque de mezclado agitado. Las partículas de UHMW PO y el disolvente se pueden alimentar continuamente al tanque de mezclado, descargándose la suspensión formada a la extrusora. El tanque de mezclado se puede calentar. La temperatura y el tiempo de permanencia de la suspensión en el tanque de mezclado son opcionalmente tales que las partículas de UHMW PO absorberán al menos 5% en peso de disolvente a una temperatura por debajo de aquella a la que se disolverá la UHMW PO. Preferiblemente, la temperatura de la suspensión que abandona el tanque de mezclado es de alrededor de 40°C a alrededor de 100°C.

25 Se contemplan varios modos alternativos para alimentar la extrusora. Una suspensión de UHMW PO formada en un tanque de mezclado se puede alimentar a la tolva de alimentación de la extrusora sin presión. Preferiblemente, una suspensión entra en una zona de alimentación cerrada de la extrusora a una presión positiva de al menos alrededor de 20 KPa. La presión de alimentación potencia la capacidad transportadora de la extrusora. Como alternativa, la suspensión se puede formar en la extrusora. En este caso, las partículas de UHMW PO se pueden alimentar a una tolva de alimentación abierta de una extrusora, y el disolvente se bombea a la extrusora una o dos secciones de barril más adelante en la máquina. En aún otro modo de alimentación alternativo, se forma una suspensión concentrada en un tanque de mezclado. Esta entra en la extrusora en la zona de alimentación. Una corriente de disolvente puro, precalentada hasta una temperatura por encima de la temperatura de fusión del polímero, entra en la extrusora varias zonas más adelante. En este modo, parte de la función del calor del procedimiento se transfiere fuera de la extrusora, y se potencia su capacidad productiva.

30 En otra realización, la invención es un procedimiento para la formación continua de artículos moldeados a partir de suspensiones de UHMW PO. Preferiblemente, el artículo moldeado se selecciona del grupo que consiste en una fibra, cinta, película, hoja y tubo. Para los fines de la presente invención, una fibra es un cuerpo alargado cuya dimensión longitudinal es mucho mayor que las dimensiones transversales de anchura y grosor. En consecuencia, el término fibra incluye filamento, cinta, tira, y similar, que tiene una sección transversal regular o irregular. Un hilo es una hebra continua que comprende muchas fibras o filamentos.

En esta realización, el procedimiento de la invención comprende las etapas de:

- 45 a) formar una suspensión de partículas de UHMW PO que tiene una viscosidad intrínseca de 5 a 45 dl/g en un disolvente para la UHMW PO a una primera temperatura por debajo de la temperatura a la que la UHMW PO se disolverá en el disolvente;
- b) procesar la suspensión a través de una extrusora que opera de manera que se forma una mezcla del disolvente y la UHMW PO a una segunda temperatura por encima de la temperatura de fusión de la UHMW PO, y el caudal de UHMW PO en la mezcla es al menos la cantidad $2,5 D^2$ (2,5 x D x D) gramos por minuto, en la que D representa el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros;
- 50 c) opcionalmente, descargar la mezcla de la extrusora a través de una bomba de desplazamiento positivo;
- d) hacer pasar la mezcla a través de una vasija calentada a una temperatura por encima de la temperatura de fusión de la UHMW PO, teniendo la vasija un volumen de manera que el tiempo medio

de permanencia de la mezcla en la vasija es de 2 a 120 minutos, con lo que se forma una disolución de la UHMW PO;

- 5 e) hacer salir la disolución así formada desde la vasija mediante una bomba de desplazamiento positivo y mediante un orificio de moldeo, estando la disolución a una temperatura por debajo del punto de ebullición atmosférico del disolvente, para formar un artículo de disolución moldeado;
- f) opcionalmente, estirar el artículo de disolución;
- g) enfriar el artículo de disolución moldeado para formar un artículo en gel moldeado;
- h) opcionalmente estirar el artículo en gel moldeado;
- i) eliminar el disolvente del artículo en gel moldeado, para formar un artículo sólido moldeado; y
- 10 j) opcionalmente estirar el artículo sólido moldeado en una o más etapas a temperaturas de 25°C a 165°C.

15 La invención proporciona artículos de gel moldeados y artículos sólidos moldeados seleccionados del grupo que consiste en fibras, cintas, películas, hojas y tubos de gel, y fibras, cintas, películas, hojas y tubos sólidos, preparados mediante el método anterior. Los artículos sólidos moldeados son útiles en aplicaciones tales como protección antibalas, protectores contra astillas, materiales compuestos reforzados de plásticos y hormigón, cuerdas, redes, velas de embarcaciones, suturas, radomos, tuberías, y muchos otros.

Preferiblemente, el artículo de la invención es una fibra de UHMW PO que tiene una tenacidad de al menos 27 g/d (23,8 cN/dtex), más preferiblemente al menos 35 g/d (30,9 cN/dtex), aún más preferiblemente 40 g/d (35,3 cN/dtex), y más preferiblemente al menos 50 g/d (44,1 cN/dtex).

20 Los siguientes ejemplos se presentan para proporcionar una comprensión más completa de la invención. Las técnicas, condiciones, materiales, proporciones y datos dados a conocer específicos, expuestos para ilustrar los principios de la invención, son ejemplares, y no se deberían de interpretar como limitantes del alcance de la invención.

EJEMPLOS

25 Ejemplo 1 Comparativo

Se preparó una suspensión al 20% en peso de una UHMW PO que comprende polietileno, que tiene una viscosidad intrínseca de 18,5 dl/g, en decalina a temperatura ambiente. La suspensión se extruyó a través de una extrusora de dos tornillos engranados entre sí y que giran en el mismo sentido Werner and Pfeleiderer, tipo ZSK, que tiene un diámetro de tornillo de 30 mm (3 cm) y una relación L/D de 27. La temperatura del extrusado fue alrededor de 180°C.

30 El tiempo de permanencia en la extrusora fue 3 minutos. El tiempo de permanencia en la extrusora fue mayor que la cantidad $0,6 D = 0,6 \times 3 = 1,8$ min., en la que D es el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros.

El fabricante de la extrusora, Werner and Pfeleiderer, indica que el volumen libre de esta máquina (volumen del barril menos volumen del tornillo) fue 362 cm³. Un tiempo de permanencia de 3 minutos correspondió a un flujo de 362 cm³/3 min. = 121 cm³/min. La densidad de polietileno a 180°C es 0,756 g/cm³. La densidad de la decalina a 180°C es 0,744 g/cm³. La densidad de una mezcla al 20% en peso de polietileno en decalina a 180°C fue por lo tanto 0,746 g/cm³, y el caudal de polietileno fue 0,746 g/cm³ x 121 cm³/min. x 0,20 g de PE/g de disolución = 18,0 g de PE/min. Por lo tanto, el caudal de UHMW PO (polietileno) fue menor que la cantidad $2,5 D^2 = 2,5 \times (3)^2 = 22,5$. El extrusado no se procesó posteriormente.

35

En la Tabla I más abajo se resumen los datos para este ejemplo comparativo.

40 Ejemplos 2a y 2b Comparativos

Se preparó un número de disoluciones en decalina de UHMW PO's (polietilenos lineales que tienen una viscosidad intrínseca de 15,5 dl/g o 18 dl/g) y que tienen concentraciones de 3% en peso o 5% en peso, en la extrusora de doble tornillo descrita en el Ejemplo 1 Comparativo. El tiempo mínimo de permanencia en la extrusora en cualquier experimento fue 1,7 minutos. Las mezclas que abandonan la extrusora se hicieron pasar a través de una bomba de engranajes, y desde allí a través de una abertura de hilatura de 1 mm de diámetro. El filamento de la disolución se paralizó con agua para formar un filamento de gel. El filamento de gel se extrajo con diclorometano para eliminar la decalina, seguido del estiramiento a 120°C.

45

El caudal máximo de UHMW PO fue 3,81 g/min. en cualquier experimento a una concentración de UHMW PO de 3% en peso, y 6,35 g/min. en cualquier experimento a una concentración de UHMW PO de 5% en peso. El caudal máximo de UHMW PO en gramos/min. en todos los experimentos fue por lo tanto menor que la cantidad $2,5 D^2 = 2,5$

50

$$x (3)^2 = 22,5.$$

Las resistencias a la tracción de los filamentos individuales obtenidos fueron de media 2,5 GPa (25,8 cN/dtex) a una concentración de 3% en peso, y fueron de media 2,0 GPa (20,6 cN/dtex) a una concentración de UHMW PO de 5% en peso. La resistencia máxima a la tracción de los filamentos individuales obtenida fue 3,2 GPa (33 cN/dtex) a una concentración de UHMW PO de 3% en peso (Ejemplo 2a Comparativo) y 2,9 GPa (29,9 cN/dtex) a una concentración de UHMW PO de 5% en peso (Ejemplo 2b Comparativo).

En la Tabla I más abajo se resumen los datos para estos ejemplos comparativos.

Ejemplo 1

Se preparó una disolución en un tanque de mezclado agitado a temperatura ambiente que consiste en 10% en peso de una UHMW PO y 90% en peso de aceite mineral blanco. La UHMW PO fue un polietileno lineal que tiene una viscosidad intrínseca de 25 dl/g en decalina a 135°C. El polietileno lineal tuvo menos de alrededor de 0,5 sustituyentes por 1000 átomos de carbono, y un punto de fusión de 138°C. El aceite mineral blanco fue HYDROBRITE® 550 PO, un aceite de baja volatilidad de Crompton Corporation, que consiste en alrededor de 70% de carbono parafínico y alrededor de 30% de carbono nafténico.

La suspensión se alimentó continuamente en la tolva de alimentación de una extrusora de dos tornillos engranados entre sí que tiene un diámetro de tornillo de 40 mm (4 cm). Los elementos de tornillos fueron todos elementos transportadores hacia delante. El volumen libre en esta extrusora (volumen del barril menos volumen del tornillo) fue 1400 cm³. La temperatura del barril de la extrusora fue 260°C. La velocidad rotacional del tornillo fue 300 rpm. La suspensión de UHMW PO/aceite mineral se convirtió en una mezcla líquida a 260°C haciéndola pasar a través de la extrusora con un tiempo medio de permanencia de 2,3 minutos. Por lo tanto, el tiempo medio de permanencia en la extrusora, en este ejemplo de la invención, fue menor que la cantidad $0,6 D = 0,6 \times 4 = 2,4$ min., en la que D es el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros.

El caudal de la suspensión fue 423,6 g/min., y el caudal de UHMW PO fue 42,36 gramos/min. Por lo tanto, el caudal de UHMW PO en gramos/min. excedió la cantidad $2,5 D^2 = 2,5 \times (4)^2 = 40$ en este ejemplo de la invención.

La mezcla líquida que abandona la extrusora se hizo pasar a través de una bomba de engranajes y desde allí a través de una vasija que consiste en una tubería calentada externamente a una temperatura de 273°C, una longitud de 46,5 pies (14,17 metros), y un volumen interno de 29,212 cm³, y varios codos y cambios de diámetro. A intervalos dentro de la tubería había siete mezcladoras estáticas que tienen relaciones L/D de 8. La mezcla líquida se convirtió en una disolución al hacerla pasar a través de la vasija con un tiempo medio de permanencia de 46,7 minutos.

La disolución de UHMW PO que abandona la vasija de la tubería se hizo pasar a través de una bomba de engranajes y desde allí a través de un bloque de hilatura y una hilera que tiene orificios de 0,035 pulgadas (0,889 mm) de diámetro, para formar un hilo en disolución de 240 filamentos. El hilo en disolución se estiró 7,82:1 haciéndolo pasar a través de un espacio de aire a un baño de enfriamiento de agua, en el que se enfrió en un hilo en gel. El hilo en gel se estiró 3:1 a temperatura ambiente.

El aceite mineral se extrajo del hilo en gel haciéndolo pasar en contracorriente a una corriente de triclorotrifluoroetano, y después se secó. Se produjo cierto estiramiento del hilo durante la extracción y el secado. El hilo seco se estiró 6:1 a 150°C. El hilo de UHMW PO estirado de la invención tuvo 354 denier (393 dtex), y tuvo una tenacidad de 41,1 g/d (36,3 cN/dtex).

En la Tabla I más abajo se resumen los datos para este ejemplo.

Ejemplo 2

Se preparó una suspensión al 10% en peso de la misma UHMW PO y aceite mineral como en el Ejemplo 1 en un tanque de mezclado, y se alimentó a la misma extrusora como se describe en el Ejemplo 1. La temperatura del barril de la extrusora fue 280°C. La velocidad rotacional del tornillo fue 180 rpm. La suspensión de UHMW PO/aceite mineral se convirtió en una mezcla líquida a 280°C haciéndola pasar a través de la extrusora con un tiempo medio de permanencia de 2,1 minutos. El tiempo medio de permanencia en la extrusora fue por lo tanto menor que la cantidad $0,6 D = 0,6 \times 4 = 2,4$ min., en la que D es el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros.

El caudal de la suspensión fue 454 g/min., y el caudal de UHMW PO fue 45,4 gramos/min. El caudal de UHMW PO en gramos/min. superó por lo tanto la cantidad $2,5 D^2 = 2,5 \times (4)^2 = 40$ en este ejemplo de la invención.

La mezcla líquida que abandona la extrusora se hizo pasar a través de una bomba de engranajes y desde allí a través de una vasija que consiste en una tubería calentada externamente a una temperatura de 290°C, una longitud de 31,6 pies (9,63 metros), un volumen interno de 17.026 cm³ y varios codos y cambios de diámetro. A intervalos en la tubería había tres mezcladoras estáticas que tienen relaciones L/D de 8. El tiempo medio de permanencia del líquido/disolución en esta vasija de tubería fue 24,9 minutos en este ejemplo de la invención. La mezcla líquida se

convirtió en una disolución haciéndola pasar a través de la vasija.

La disolución de UHMW PO que abandona la vasija de tubería se hizo pasar a través de una bomba de engranajes y desde allí a través de un bloque de hilatura y una hilera que tiene orificios de 0,040 pulgadas (1,016 mm) de diámetro para formar un hilo en disolución de 118 filamentos. El hilo en disolución se estiró 3,16:1 haciéndolo pasar a través de un espacio de aire hasta un baño de enfriamiento de agua. El hilo en gel formado se estiró 3:16 a temperatura ambiente. El hilo en gel se hizo pasar en contracorriente a una corriente de triclorotrifluoroetano para extraer el aceite mineral, y se secó. El hilo se estiró 1,47:1 durante la extracción y secado. El hilo seco se estiró 1,7:1 en un intervalo de temperaturas entre 133°C y 139°C, y después se estiró 5,1:1 a 150°C. El hilo de UHMW PO estirado de la invención tuvo 497 denier (552 dtex) y tuvo una tenacidad de 46,6 g/d (41,1 cN/dtex).

En la Tabla I más abajo se resumen los datos para este ejemplo.

Ejemplo 3

Una suspensión al 20% en peso de una UHMW PO (polietileno lineal que tiene una viscosidad intrínseca en decalina a 135°C de 18,3 dl/g, un punto de fusión de 138°C, y menos de 0,5 sustituyentes por 1000 átomos de carbono) se preparó en aceite mineral blanco (550 PO de Crompton Corporation) en un tanque de mezclamiento, y se mantuvo a una temperatura de 90°C toda la noche. La suspensión se dosificó de forma continua en la tolva de alimentación de la misma extrusora como se describe en el Ejemplo 1, a un caudal de 810 g/min. La temperatura del barril de la extrusora fue 280°C, y su velocidad rotacional fue 300 rpm. Se dosificó en la extrusora, en la quinta sección del barril desde el extremo de alimentación de la extrusora, a un caudal de 270 g/min., una corriente del mismo aceite mineral blanco precalentado hasta una temperatura de 280°C. Las velocidades de alimentación relativas de la suspensión de UHMW PO al 20% en peso y del aceite mineral precalentado fueron tales que se formó en la extrusora una mezcla líquida de UHMW PO al 15% en peso.

El caudal de la mezcla líquida fue 1080 g/min., y el caudal de UHMW PO fue 162 g/min. Por lo tanto, el caudal de UHMW PO en gramos/min. superó la cantidad $10 D^2 = 10 \times (4)^2 = 160$ en este ejemplo de la invención. El tiempo medio de permanencia de la mezcla líquida en la extrusora fue 0,9 minutos.

La mezcla líquida que abandona la extrusora se hizo pasar a través de una bomba de engranajes y desde allí a través de una vasija que consiste en una tubería calentada externamente a una temperatura de 280°C, que tiene un volumen interno de 9072 cm³. En la tubería había dos mezcladoras estáticas que tienen relaciones L/D de 8. El tiempo de permanencia del líquido/disolución en esta vasija de tubería fue 5,7 minutos en este ejemplo de la invención. La mezcla líquida se convirtió en una disolución al hacerla pasar a través de la vasija.

La disolución de UHMW PO que abandona la vasija de tubería se hizo pasar a través de una bomba de engranajes y desde allí a través de un bloque de hilatura y una hilera que tiene orificios de 0,040 pulgadas (1,016 mm) de diámetro para formar un hilo en disolución de 360 filamentos. El hilo en disolución se estiró 3,07:1 al hacerlo pasar a través de un espacio de aire hasta un baño de enfriamiento de agua. El hilo en gel formado se estiró 4,75:1 a temperatura ambiente. El hilo en gel se hizo pasar en contracorriente a una corriente de triclorotrifluoroetano para extraer el aceite mineral, y se secó. El hilo se estiró durante la extracción y secado. El hilo seco se estiró 1,37:1 en la etapa de extracción, y 1,07:1 en la secadora. El hilo seco se estiró 3,58:1 a 150°C. El hilo de UHMW PO estirado de la invención tuvo 712 denier (791 dtex) y tuvo una tenacidad de 27,2 g/d (24,0 cN/dtex).

En la Tabla I más abajo se resumen los datos para este ejemplo.

Ejemplo 4

Se preparó una suspensión al 10% en peso de la misma UHMW PO y aceite mineral como en el Ejemplo 1 en un tanque de mezclamiento, y se alimentó a la misma extrusora como se describe en el Ejemplo 1. La temperatura del barril de la extrusora fue 280°C. La velocidad rotacional del tornillo fue 350 rpm. La suspensión de UHMW PO/aceite mineral se convirtió en una mezcla líquida al hacerla pasar a través de la extrusora. El caudal de la suspensión fue 681 g/min., y el caudal de UHMW PO fue 68,1 gramos/min. Por lo tanto, el caudal de UHMW PO en gramos/min. superó la cantidad $4 D^2 = 4 \times (4)^2 = 64$ en este ejemplo de la invención. El tiempo medio de permanencia de la mezcla líquida en la extrusora fue 1,4 minutos.

La mezcla líquida que abandona la extrusora se hizo pasar a una vasija que consiste en una tubería calentada externamente a una temperatura de 280°C, una longitud de 31,6 pies (9,63 metros), y un volumen interno de 17.026 cm³, y tuvo varios codos y cambios de diámetro. En la tubería había dos mezcladoras estáticas que tienen relaciones L/D de 8. El tiempo de permanencia del líquido/disolución en esta vasija de tubería fue 16,8 minutos en este ejemplo de la invención. La mezcla líquida se convirtió en una disolución al hacerla pasar a través de la vasija.

La disolución de UHMW PO que abandona la vasija de tubería se hizo pasar a través de una bomba de engranajes y desde allí a través de un bloque de hilatura y una hilera que tiene orificios de 0,040 pulgadas (1,016 mm) de diámetro para formar un hilo en disolución de 118 filamentos. El hilo en disolución se estiró 4:1 al hacerlo pasar a

través de un espacio de aire a un baño de enfriamiento de agua. El hilo en gel formado se estiró 2,5:1 a temperatura ambiente. El hilo en gel se hizo pasar en contracorriente a una corriente de triclorotrifluoroetano para extraer el aceite mineral, y se secó. Se produjo cierto estiramiento del hilo durante la extracción y el secado. El hilo seco se estiró 5,79:1 a 150°C. El hilo de UHMW PO estirado de la invención tuvo 608 denier (676 dtex) y tuvo una tenacidad de 41,8 g/d (36,9 cN/dtex).

En la Tabla I más abajo se resumen los datos para este ejemplo.

Ejemplo 5

Se preparó una suspensión al 12% en peso de la misma UHMW PO y aceite mineral como en el Ejemplo 1 en un tanque de mezclamiento, y se alimentó a la misma extrusora como se describe en el Ejemplo 1. La temperatura del barril de la extrusora fue 280°C. La velocidad rotacional del tornillo fue 200 rpm. La suspensión de UHMW PO/aceite mineral se convirtió en una mezcla líquida al hacerla pasar a través de la extrusora. El caudal de la suspensión fue 665 g/min., y el caudal de UHMW PO fue 90,8 gramos/min. Por lo tanto, el caudal de UHMW PO en gramos/min. superó la cantidad $4 D^2 = 4 \times (4)^2 = 64$ en este ejemplo de la invención. El tiempo medio de permanencia de la mezcla líquida en la extrusora fue 1,4 minutos.

La mezcla líquida que abandona la extrusora se hizo pasar a través de una bomba de engranajes y desde allí a través de una vasija que consiste en una tubería calentada externamente a una temperatura de 280°C, una longitud de 31,6 pies (9,63 metros), un volumen interno de 17.026 cm³, y varios codos y cambios de diámetro. En la tubería hubo tres mezcladoras estáticas que tenían relaciones L/D de 8. El tiempo de permanencia del líquido/disolución en esta vasija de tubería fue 16,7 minutos en este ejemplo de la invención. La mezcla líquida se convirtió en una disolución al hacerla pasar a través de la vasija.

La disolución de UHMW PO que abandona la vasija de tubería se hizo pasar a través de una bomba de engranajes y desde allí a través de un bloque de hilatura y una hilera que tiene orificios de 0,040 pulgadas (1,016 mm) de diámetro para formar un hilo en disolución de 118 filamentos. El hilo en disolución se estiró 4:1 haciéndolo pasar a través de un espacio de aire a un baño de enfriamiento de agua. El hilo en gel formado se estiró 2,5:1 a temperatura ambiente. El hilo en gel se hizo pasar en contracorriente a una corriente de triclorotrifluoroetano para extraer el aceite mineral, y se secó. Se produjo cierto estiramiento del hilo durante la extracción y el secado. El hilo seco se estiró 5,5:1 a 150°C. El hilo de UHMW PO estirado de la invención tuvo 646 denier (718 dtex) y tuvo una tenacidad de 37,2 g/d (32,8 cN/dtex).

En la Tabla I más abajo se resumen los datos para este ejemplo.

Ejemplo 6

Se preparó una suspensión al 10% en peso de la misma UHMW PO como en el Ejemplo 1 en el mismo aceite mineral blanco. La suspensión se alimentó de forma continua en la tolva de alimentación de una extrusora de dos tornillos engranados entre sí que tiene un diámetro de tornillo de 58 mm (5,8 cm). Los elementos del tornillo fueron todos elementos de transporte hacia delante. El volumen libre en esta extrusora (volumen del barril menos volumen del tornillo) fue 6476 cm³. La temperatura del barril de la extrusora fue 260°C. La velocidad rotacional del tornillo fue 300 rpm. La suspensión de UHMW PO/aceite mineral se convirtió en una mezcla líquida haciéndola pasar a través de la extrusora. El caudal de la suspensión fue 5319 g/min., y el caudal de UHMW PO fue 531,9 gramos/min. Por lo tanto, el caudal de UHMW PO en gramos/min. superó la cantidad $10 D^2 = 10 \times (5,8)^2 = 336$ en este ejemplo de la invención. El tiempo medio de permanencia de la mezcla líquida en la extrusora fue 0,8 minutos. La mezcla líquida que abandona la extrusora se hizo pasar a través de una bomba de engranajes.

La mezcla líquida se hizo pasar entonces a través de una vasija que consiste en una tubería calentada externamente a una temperatura de 290°C, una longitud de 75 pies (22,86 metros), un volumen interno de 60.000 cm³, y que tiene varios codos y cambios de diámetro. A intervalos en la tubería, había nueve mezcladoras estáticas que tienen relaciones L/D de 8. El tiempo de permanencia del líquido/disolución en esta vasija de tubería se proyecta para que sea 7,8 minutos. La mezcla líquida se convierte en una disolución al hacerla pasar a través de la vasija.

La disolución de UHMW PO que abandona la vasija de tubería se hace pasar a través de bloques, bombas de hilatura e hileras para formar seis hilos en disolución de 240 filamentos cada uno. Los hilos en disolución se estiran para hacerlos pasar a través de un espacio de aire a un baño de enfriamiento de agua. Los hilos en gel formados se estiran a temperatura ambiente, se extraen para eliminar el aceite mineral, y se secan. Los hilos secos se estiran a 150°C. Se cree que los hilos estirados tendrán una tenacidad de al menos 30 g/d (24,5 cN/dtex).

En la Tabla I más abajo se resumen los datos para este ejemplo.

Se observará que el caudal de UHMW PO en gramos/min. superó la cantidad de $2,5 D^2$ en cada ejemplo de la invención. También se observará que el tiempo medio de permanencia en la extrusora, en minutos, fue menor que la cantidad $0,6 D$ en cada ejemplo de la invención, y que el tiempo medio de permanencia en la vasija superó los 2

minutos. Finalmente, se observará que los hilos de múltiples filamentos de la invención generalmente tuvieron tenacidades que superaron las tenacidades de los filamentos individuales de la técnica anterior, sugiriendo una calidad mejorada de la disolución incluso aunque las fibras de la invención se hilaron a concentraciones mucho mayores.

- 5 Habiéndose descrito de este modo la invención en un detalle más bien completo, se entenderá que no es necesario adherirse estrictamente a tal detalle, sino que pueden surgir por sí mismos otros cambios y modificaciones para una persona experta en la técnica, cayendo todos dentro del alcance de la invención como se define mediante las reivindicaciones adjuntas más abajo.

TABLA I

RESUMEN DE DATOS

10

Ej.	Conc. de UHMW PO, % en peso	D, Diám. del tornillo de la extrusora, cm	Tiempo medio de permanencia, min.		Tiempo de permanencia en la extrusora/ D, min/cm	W, Caudal de UHMW PO, g/min	W/D ² , g/min-cm ²	Tenacidad de la Fibra/Hilo, cN/dtex
			Extrusora	Vasija				
Comp. 1	20	3	3,0	Ninguna	1,00	18,0	2,00	n.a.
Comp. 2a	3	3	2,1	Ninguna	0,70	3,81	0,42	33 (mejor)
Comp. 2b	5	3	12,0	Ninguna	4,00	6,35	0,70	29,9 (mejor)
1	10	4	2,3	46,7	0,58	42,36	2,65	36,3
2	10	4	2,1	24,9	0,52	45,4	2,84	41,1
3	15	4	0,9	5,7	0,22	162	10,13	24,0
4	10	4	1,4	16,8	0,35	68,1	4,26	36,9
5	12	4	1,4	16,7	0,35	90,8	5,68	32,8
6	10	5,8	0,8	7,8*	0,14	531,9	15,81	n.a,

n.a. – no disponible

* proyectado

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación continua de disoluciones que comprenden hasta 50% en peso de una UHMW PO que tiene una viscosidad intrínseca de 5 a 45 dl/g medida en decalina a 135°C, que comprende las etapas de:

- 5 a) formar una suspensión de partículas de UHMW PO en un disolvente para la UHMW PO a una primera temperatura que está por debajo de la temperatura a la que dichas partículas de UHMW PO se disolverán en el disolvente;
- 10 b) procesar dicha suspensión a través de una extrusora que opera de manera que se forma una mezcla del disolvente y la UHMW PO a una segunda temperatura por encima de la temperatura de fusión de dicha UHMW PO, y el caudal de UHMW PO es al menos la cantidad $2,5 D^2$ ($2,5 \times D \times D$) gramos por minuto, en la que D representa el diámetro del tornillo de dicha extrusora en centímetros;
- 15 c) opcionalmente, descargar dicha mezcla de la extrusora a través de una bomba de desplazamiento positivo;
- d) hacer pasar dicha mezcla a través de una vasija calentada a una temperatura por encima de la temperatura de fusión de dicha UHMW PO en dicho disolvente, teniendo dicha vasija calentada un volumen de manera que el tiempo medio de permanencia de la mezcla en dicha vasija es de 2 a 120 minutos, con lo que se forma una disolución de dicha UHMW PO.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha suspensión se mantiene a una temperatura por debajo de la temperatura a la que la UHMW PO se disolverá en el disolvente y durante un tiempo suficiente de manera que las partículas de UHMW PO absorberán al menos 5% en peso del disolvente antes de procesar dicha suspensión a través de una extrusora.

3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha extrusora es una extrusora de dos tornillos engranados entre sí y que giran en el mismo sentido, y en el que los elementos del tornillo de dicha extrusora son elementos de transporte hacia delante.

4. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha vasija calentada es una tubería que contiene una o más mezcladoras estáticas.

5. Un procedimiento para la preparación continua de artículos moldeados a partir de suspensiones de UHMW PO de peso molecular ultraelevado, que comprende las etapas de:

- 30 a) formar una suspensión de partículas de UHMW PO de peso molecular ultraelevado que tiene una viscosidad intrínseca, medida en decalina a 135°C, de 5 a 45 dl/g en un disolvente para la UHMW PO a una primera temperatura que está por debajo de la temperatura a la cual dicha UHMW PO se disolverá en dicho disolvente;
- 35 b) procesar dicha suspensión a través de una extrusora que opera de manera que se forma una mezcla de dicho disolvente y dicha UHMW PO a una segunda temperatura por encima de la temperatura de fusión de dicha UHMW PO, y el caudal de UHMW PO en dicha mezcla es al menos la cantidad $2,5 D^2$ ($2,5 \times D \times D$) gramos por minuto, en la que D representa el diámetro del tornillo de la extrusora en centímetros;
- 40 c) opcionalmente, descargar dicha mezcla de la extrusora a través de una bomba de desplazamiento positivo;
- d) hacer pasar dicha mezcla a través de una vasija calentada a una temperatura por encima de la temperatura de fusión de dicha UHMW PO, teniendo dicha vasija un volumen de manera que el tiempo medio de permanencia de la mezcla en dicha vasija es de 2 a 120 minutos, con lo que se forma una disolución de dicha UHMW PO;
- 45 e) hacer pasar la disolución así formada hacia fuera de dicha vasija a través de una bomba de desplazamiento positivo y a través de un orificio de moldeo, estando dicha disolución a una temperatura por debajo del punto de ebullición atmosférico de dicho disolvente, para formar un artículo en disolución moldeado;
- f) opcionalmente, estirar el artículo en disolución moldeado;
- g) enfriar el artículo en disolución moldeado para formar un artículo en gel moldeado;

- h) opcionalmente estirar el artículo en gel moldeado;
- i) sustancialmente eliminar el disolvente de dicho artículo en gel moldeado para formar un artículo sólido moldeado; y
- 5 j) opcionalmente estirar el artículo sólido moldeado en una o más etapas a temperaturas de 25°C a 165°C.

6. El procedimiento de la reivindicación 5, en el que dicha suspensión se mantiene a una temperatura por debajo de la temperatura a la que la UHMW PO se disolverá en el disolvente y durante un tiempo suficiente de manera que las partículas de UHMW PO absorberán al menos 5% en peso del disolvente antes de procesar dicha suspensión a través de una extrusora.

10 7. El procedimiento de la reivindicación 5, en el que dicha extrusora es una extrusora de dos tornillos engranados entre sí y que giran en el mismo sentido, y en el que los elementos del tornillo de dicha extrusora son elementos de transporte hacia delante.

8. El procedimiento de la reivindicación 5, en el que dicho artículo sólido moldeado es una fibra, cinta, película, lámina o tubo.