

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 386 475**

51 Int. Cl.:
D01F 6/04

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07739307 .2**

96 Fecha de presentación: **22.03.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **2063004**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **27.05.2009**

54 Título: **Fibra de polietileno y método para su producción**

30 Prioridad:
07.04.2006 JP 2006106305
07.04.2006 JP 2006106304
07.04.2006 JP 2006106303
07.04.2006 JP 2006106302

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
21.08.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
21.08.2012

73 Titular/es:
DSM IP Assets B.V.
Het Overloon 1
6411 TE Heerlen, NL

72 Inventor/es:
FUKUSHIMA, Yasunori;
SAKAMOTO, Godo y
IBA, Ihachiro

74 Agente/Representante:
Lehmann Novo, Isabel

ES 2 386 475 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

Fibra de polietileno y método para su producción.

CAMPO TÉCNICO

5 La presente invención se refiere a una fibra de polietileno de resistencia elevada que tiene un precio bajo y es excelente en resistencia y módulo elástico, y a un método para producir la misma. Más particularmente, la invención se refiere a una fibra de polietileno de resistencia elevada con una propiedad de estirado excelente, que se caracteriza por el disolvente para el polietileno usado en la preparación de una disolución en un método de hilado en gel y similar, y a un método para producir la misma.

ANTECEDENTES DE LA TÉCNICA

10 Con respecto a la fibra de polietileno de resistencia elevada, se sabe que una fibra no convencional que tiene una resistencia elevada y un módulo elástico elevado se obtiene mediante un denominado "método de hilado en gel" usando como materia prima un polietileno de peso molecular ultra elevado, y tal fibra ya se ha usado ampliamente para aplicaciones industriales (por ejemplo, documento 1 de patente y documento 2 de patente, o documento WO 00/24952).

15 Recientemente, además de las aplicaciones anteriores, la fibra de polietileno de resistencia elevada se ha usado ampliamente en diversas aplicaciones. Además, no sólo se requiere enormemente una mayor resistencia y un mayor módulo elástico, sino también una mejora en la productividad. Una de las condiciones necesarias para la mejora de la productividad de una fibra de polietileno es una propiedad de estirado excelente. En la producción de la fibra de polietileno, cuanto mayor es el valor máximo de una relación de estirado, menor es la relación de ruptura del filamento durante el estirado. Además, se hace posible aumentar mucho más la velocidad de estirado.

Documento 1 de patente: Publicación de Patente Japonesa nº S60-47922 B

Documento 2 de patente: Publicación de Patente Japonesa nº S64-8732 B

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION**PROBLEMAS A RESOLVER POR LA INVENCION**

25 Los problemas a resolver son cómo obtener una productividad elevada (propiedad de estirado) que fue difícil de lograr mediante el método de hilado en gel convencional, y proporcionar una fibra de polietileno barata, y un método para producir la misma.

MEDIOS PARA RESOLVER LOS PROBLEMAS

30 Los inventores de la presente invención han investigado tenazmente a fin de resolver los problemas mencionados anteriormente, y han logrado la presente invención como se define en las reivindicaciones anejas 1-13. Esto es, la invención proporciona (1) una fibra de polietileno de resistencia elevada que comprende una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más, en la que la fibra contiene un mal disolvente en una cantidad de 10 ppm o más con respecto a la resina; (2) la fibra de polietileno de resistencia elevada descrita en (1), en la que el disolvente tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos; (3) la fibra de polietileno de resistencia elevada descrita en (1) o (2), producida preparando una masa de polietileno que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos con respecto a la resina, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, y estirando un hilo de filamento después de enfriar; (4) la fibra de polietileno de resistencia elevada de una cualquiera descrita en (1) a (3), producida preparando una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, y estirando un hilo de filamento después de enfriar, en la que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (A) : disolvente (B) de 20:80 a 99:1, siendo el disolvente (A) un buen disolvente para la resina, y siendo el disolvente (B) compatible con el disolvente (A) y siendo un mal disolvente para la resina; (5) la fibra de polietileno de resistencia elevada de una cualquiera descrita en (1) a (3), producida preparando una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, y estirando un hilo de filamento después de enfriar, en la que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (A) : disolvente (B) de 30:70 a 95:5, siendo el disolvente (A) un buen disolvente para la resina, y siendo el disolvente (B) compatible con el disolvente (A) y siendo un mal disolvente para la resina; (6) la fibra de polietileno de resistencia elevada descrita en (4) o (5), en la que el disolvente (A) tiene un índice de viscosidad mayor que 0,6 con respecto a la resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más, y el disolvente (B) tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos; (7) una fibra de polietileno de resistencia elevada que

comprende una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más, en la que la resina contiene un no disolvente en el que la resina es insoluble, en una cantidad de 10 ppm o más; (8) la fibra de polietileno de resistencia elevada descrita en (7), producida preparando una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, y estirando un hilo de filamento después de enfriar, en la que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (A) : disolvente (C) de 50:50 a 99:1, siendo el disolvente (A) un buen disolvente para la resina, y siendo el disolvente (C) compatible con el disolvente (A) y siendo un no disolvente en el que la resina es insoluble; (9) la fibra de polietileno de resistencia elevada descrita en (7), producida preparando una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, y estirando un hilo de filamento después de enfriar, en la que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (A) : disolvente (C) de 70:30 a 90:10, siendo el disolvente (A) un buen disolvente para la resina, y siendo el disolvente (C) compatible con el disolvente (A) y siendo un no disolvente en el que la resina es insoluble; (10) la fibra de polietileno de resistencia elevada descrita en (8) o (9) que usa el disolvente mixto, en la que el disolvente (A) tiene un índice de viscosidad mayor que 0,6 con respecto a la resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más; (11) una fibra de polietileno de resistencia elevada que comprende una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más, en la que la resina contiene un disolvente que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos con respecto a la resina y un no disolvente en el que la resina es insoluble, en una cantidad de 10 ppm o más; (12) la fibra de polietileno de resistencia elevada descrita en (11), producida preparando una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, y estirando un hilo del filamento después de enfriar, en la que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (B) : disolvente (C) de 99:1 a 50:50, siendo el disolvente (B) un mal disolvente para la resina, y siendo el disolvente (C) compatible con el disolvente (B) y siendo un no disolvente en el que la resina es insoluble; (13) la fibra de polietileno de resistencia elevada descrita en (11), producida preparando una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, y estirando un hilo de filamento después de enfriar, en la que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (B) : disolvente (C) de 99:1 a 70:30, siendo el disolvente (B) un mal disolvente para la resina, y siendo el disolvente (C) compatible con el disolvente (B) y siendo un no disolvente en el que el polietileno es insoluble; (14) la fibra de polietileno de resistencia elevada descrita en (12) o (13) en la que el disolvente (B) tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos con respecto a la resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más; (15) un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada, que comprende preparar una masa de polietileno que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos con respecto a la resina, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, y estirando un hilo de filamento después de enfriar; (16) un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada, que comprende preparar una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, y estirando un hilo de filamento después de enfriar, en el que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (A) : disolvente (B) de 20:80 a 99:1, siendo el disolvente (A) un buen disolvente para la resina, y siendo el disolvente (B) compatible con el disolvente (A) y siendo un mal disolvente para la resina; (17) un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada, que comprende preparar una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruir la masa de polietileno a través de un orificio, y estirar un hilo de filamento después de enfriar, en el que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (A) : disolvente (B) de 30:70 a 99:5, siendo el disolvente (A) un buen disolvente para la resina, y siendo el disolvente (B) compatible con el disolvente (A) y siendo un mal disolvente para la resina; (18) un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada, que comprende preparar una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruir la masa de polietileno a través de un orificio, y estirar un hilo de filamento después de enfriar, en el que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (A) : disolvente (C) de 50:50 a 99:1, siendo el disolvente (A) un buen disolvente para la resina, y siendo el disolvente (C) compatible con el disolvente (A) y siendo un no disolvente en el que la resina es insoluble; (19) un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada, que comprende preparar una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruir la masa de polietileno a través de un orificio, y estirar un hilo de filamento después de enfriar, en el que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (A) : disolvente (C) de 70:30 a 90:10, siendo el

5 disolvente (A) un buen disolvente para la resina, y siendo el disolvente (C) compatible con el disolvente (A) y siendo un no disolvente en el que la resina es insoluble; (20) un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada, que comprende preparar una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruir la masa de polietileno a través de un orificio, y estirar un hilo de filamento después de enfriar, en el que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (B) : disolvente (C) de 99:1 a 50:50, siendo el disolvente (B) un mal disolvente para la resina, y siendo el disolvente (C) compatible con el disolvente (B) y siendo un no disolvente en el que la resina es insoluble; y (21) un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada, que comprende preparar una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto, extruir la masa de polietileno a través de un orificio, y estirar un hilo de filamento después de enfriar, en el que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (B) : disolvente (C) de 99:1 a 70:30, siendo el disolvente (B) un mal disolvente para la resina, y siendo el disolvente (C) compatible con el disolvente (B) y siendo un no disolvente en el que la resina es insoluble.

EFFECTOS DE LA INVENCION

20 La presente invención hace posible proporcionar una fibra de polietileno de resistencia elevada que tiene una productividad notablemente mejorada. Esto es, puesto que la productividad (la propiedad de estirado) aumenta drásticamente sin inversión en la instalación a gran escala, es ventajoso que las fibras de polietileno de resistencia elevada, que hasta ahora han sido extremadamente caras, se pueden proporcionar a bajo coste.

MEJORES MODOS PARA LLEVAR A CABO LA INVENCION

La presente invención se describirá con detalle.

25 Un polietileno de peso molecular elevado, que se va a usar como una materia prima en la presente invención, tiene necesariamente una viscosidad intrínseca $[\eta]$ de 8 dl/g o más, según se mide mediante uso de decalina como disolvente de medida a una temperatura de medida de 135°C, y tiene preferiblemente una viscosidad intrínseca de 10 dl/g o más. Esto es debido a que cuando la viscosidad intrínseca es menor que 8 dl/g, no se obtiene la fibra de resistencia elevada deseada que tiene una resistencia de más de 26 cN/dTex. Por otro lado, con respecto al límite superior, no hay problemas particulares en tanto que esté en el intervalo de manera que se pueda obtener la resistencia deseada. Sin embargo, si la viscosidad intrínseca es mayor que 32 dl/g, la propiedad de estirado se deteriora, de forma que se hace difícil obtener el efecto de la presente invención. La viscosidad intrínseca es más preferiblemente 30 dl/g o menos, e incluso más preferiblemente 25 dl/g o menos.

35 El polietileno de peso molecular ultra elevado de la presente invención se caracteriza porque sus unidades repetidas son sustancialmente etileno, y puede ser un copolímero del mismo con pequeñas cantidades de otros monómeros tales como α -olefina, ácido acrílico y sus derivados, ácido metacrílico y sus derivados, o vinilsilano y sus derivados, puede ser una mezcla de estos copolímeros, o un copolímero consistiendo el polímero en etileno solo, e incluso puede ser una mezcla con homopolímeros de otras α -olefinas y similares. El uso de un copolímero con una α -olefina, tal como propileno o buteno-1, para tener una ramificación de cadena corta o cadena larga en cierto grado, es particularmente preferido en la producción de estas fibras, puesto que el procedimiento de obtención de hilos está estabilizado especialmente durante el hilado y el estirado. Sin embargo, puesto que el incremento excesivo del contenido de monómero distinto de etileno puede ser un factor desmotivador para el estirado, desde el punto de vista de la obtención de una fibra que tiene una resistencia elevada y un módulo elástico elevado, el contenido del monómero distinto de etileno es preferiblemente 0,2% en moles o menos en la unidad monómera, más preferiblemente 0,1% en moles o menos. Normalmente, se puede usar homopolímero que consiste en etileno solo.

45 El factor importante en un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada con productividad elevada de la presente invención es el componente que disuelve (hincha) el polietileno, particularmente el tipo de disolvente a usar en la preparación de una disolución.

Como disolvente para obtener una fibra de polietileno de resistencia elevada mediante un método de hilado en gel, hasta ahora se ha conocido la decalina/tetralina y parafina, y estos tipos de disolventes se seleccionaron debido a que el polietileno tiene una solubilidad elevada en estos disolventes.

50 Sin embargo, los inventores de la presente invención han encontrado que la propiedad de estirado se puede mejorar drásticamente mediante el uso de un disolvente que tiene una solubilidad ligeramente menor, en lugar del buen disolvente mencionado anteriormente (o además de tal buen disolvente) que hasta ahora se ha creído que es óptimo para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada, de manera que lograron la presente invención. La razón del por qué la propiedad de estirado mejora mediante el uso de tal disolvente que tiene una solubilidad ligeramente menor se considera en lo siguiente.

La idea técnica del hilado en gel convencional es obtener una resina de polietileno de peso molecular elevado en un estado fácilmente estirado (sus moléculas se estiran fácilmente) hinchándola con un disolvente, y, como disolvente,

se ha usado un buen disolvente, a saber, un disolvente que puede hinchar fácilmente la resina. Sin embargo, desde el punto de vista de la productividad, se encontró que cuando se usaron estos disolventes, la propiedad de estirado es insuficiente, y que tienden a producirse problemas tales como la ruptura frecuente de los hilos y la incapacidad para incrementar la tasa de estirado en el procedimiento de estirado, que es uno de los procedimientos de producción de la fibra de polietileno. Los inventores de la presente invención enfocaron su atención en el hecho de que la interacción entre un disolvente y las moléculas de polietileno no está implicada solamente con la solubilidad, y la extensión de las moléculas de polietileno en la disolución varía drásticamente dependiendo del tipo del disolvente seleccionado.

Específicamente, se considera que cuando se fijan el peso molecular del polietileno y la concentración de moléculas de polietileno en una disolución, las moléculas de polietileno que se extienden en menor medida ocupan un menor espacio en la disolución para una molécula, y, como resultado, el enmarañamiento de las moléculas de polietileno es menor. En otras palabras, se considera que el enmarañamiento de las moléculas, que se cree que ejerce una gran influencia sobre la propiedad de estirado en la producción, se puede reducir seleccionando un disolvente para disminuir la extensión de las moléculas de polietileno en la disolución.

Con respecto a la extensión de las moléculas de polietileno dependientes del tipo de disolvente, se ha establecido una teoría básica, como se describe, por ejemplo en "Shin-Kobunshi Jikkengaku (Nuevos Experimentos Macromoleculares)". A continuación se de un breve resumen. Cuando las macromoléculas flexibles, tales como polietileno y similares, se disuelven en un buen disolvente que tiene buena solubilidad, si un par de segmentos localizados a gran distancia a lo largo de una misma molécula se aproximan entre sí, la fuerza repulsiva se hace más predominante que la fuerza atractiva en la interacción entre los segmentos, y de este modo las moléculas tienden a tener un estado más extendido. Por otro lado, cuando las macromoléculas flexibles se disuelven en un mal disolvente que tiene una solubilidad baja, la afinidad entre las moléculas y el disolvente es inferior, y la fuerza atractiva se hace más predominante que la fuerza repulsiva en la interacción entre el par de segmentos, y de este modo las moléculas tienden a tener un estado más contraído en comparación con el caso del uso de un buen disolvente. Por lo tanto, cuando se usa un mal disolvente, la extensión de las moléculas en la disolución disminuye en comparación con el caso del uso de un buen disolvente. En consecuencia, se considera que el enmarañamiento de las moléculas disminuye cuando se usa un mal disolvente, y de este modo se hace posible mejorar la propiedad de estirado. Es bien sabido que la extensión de las moléculas en una disolución se refleja mediante el valor medido de la viscosidad intrínseca. Como es manifiesto a partir de los abundantes datos experimentales, la dependencia con el peso molecular de la extensión de las moléculas se amolda a la siguiente ley potencial en una región en la que el peso molecular M es suficientemente elevado.

$$[\eta] \propto M^{\alpha}$$

En la fórmula, α representa el índice de viscosidad. Como resultado del intenso estudio, se hace posible mejorar notablemente la propiedad de estirado con la producción seleccionando el tipo de disolvente cuyo índice de viscosidad satisface condiciones específicas. Esto es, si un disolvente tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos, la propiedad de estirado mejorará notablemente. Por otro lado, aunque el límite interior del índice de viscosidad no está particularmente limitado, si el índice de viscosidad es menor que 0,50, la solubilidad del polietileno disminuye, la capacidad de hilatura y la propiedad de estirado tienden a disminuir de forma adversa. En consecuencia, el índice de viscosidad es más preferiblemente de 0,50 a 0,59, e incluso más preferiblemente de 0,50 a 0,57. El disolvente que tiene un índice de viscosidad mayor que 0,6, o el disolvente que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos, se puede seleccionar de los disolventes de polietileno, por ejemplo, descritos en "Polymer Handbook Fourth Edition", Capítulo 4 (Editor (JOHN WILEY), año de publicación (1999)).

Un disolvente que mejore la productividad notablemente en la presente invención se puede preparar mediante diversos métodos. Sus ejemplos incluyen el disolvente que consiste en uno o al menos dos malos disolventes, el disolvente preparado mezclando uno o al menos dos malos disolventes y/o no disolventes con uno o al menos dos buenos disolventes, y el disolvente preparado mezclando uno o al menos dos no disolventes con uno o al menos dos malos disolventes.

La fibra de polietileno de resistencia elevada de la presente invención contiene un mal disolvente en una cantidad de 50 ppm a 5000 ppm. En la presente invención, una fibra de polietileno de resistencia elevada se puede producir estirando el filamento de masa enfriado después de eliminar el disolvente, o llevando a cabo la eliminación del disolvente y el estirado simultáneamente, y llevando a cabo un estirado de múltiples etapas dependiendo de las situaciones. En este momento, la cantidad residual del mal disolvente en el hilo se considera un parámetro importante. Cuando la cantidad residual del mal disolvente en el hilo es menor que 10 ppm, se produce la ruptura del hilo muy frecuentemente en el proceso de estirado. Aunque el mecanismo no está claro, se considera que el disolvente residual sirve como un plastificante. Aunque el límite superior no es particularmente un problema para la propiedad de estirado, si es mayor que 10.000 ppm, el módulo elástico y la resistencia de la fibra tienden a disminuir debido al efecto como plastificante. El intervalo reivindicado es de 50 ppm a 5000 ppm, y más preferiblemente de 100 ppm a 1.000 ppm.

El método para proporcionar un mal disolvente a una fibra no está particularmente restringido, y se puede

proporcionar, por ejemplo, durante el hilado o el estirado. Sin embargo, es preferible añadirlo durante la preparación de una masa, y mantener la concentración del mal disolvente no menor que 10 ppm durante el estirado.

El mal disolvente en la presente invención es un disolvente que disuelve polietileno y tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos.

5 El índice de viscosidad del mal disolvente contenido en la fibra de polietileno de resistencia elevada de la presente invención es preferiblemente 0,6 o menos, como se describe anteriormente. Esto es debido a que tal mal disolvente puede conducir a un enmarañamiento moderado. Como se menciona anteriormente, un intervalo más preferible es de 0,51 a 0,59, e incluso más preferiblemente de 0,52 a 0,57.

10 En este momento, una tasa de deformación de la fibra durante el estirado se considera un parámetro importante. Si la tasa de deformación de la fibra es demasiado grande, se produce la ruptura de la fibra antes de llegar a una relación de estirado suficiente; por lo tanto, esto no es preferido. También, si la tasa de deformación de la fibra es demasiado pequeña, la cadena molecular se relaja durante el estirado, y la fibra que tiene propiedades físicas excelentes no se puede obtener aunque la fibra se haga delgada por el estirado; por lo tanto, esto no es preferido. La tasa de deformación es preferiblemente $0,005 \text{ s}^{-1}$ o más, y $0,5 \text{ s}^{-1}$ o menos, y más preferiblemente $0,01 \text{ s}^{-1}$ o más y $0,1 \text{ s}^{-1}$ o menos. La tasa de deformación se puede calcular a partir de la relación de estirado de la fibra, la tasa de estirado y la longitud de sección de calentamiento de un horno. Esto es, la tasa de deformación (s^{-1}) = $(1-1/\text{relación de estirado})$ tasa de estirado/longitud de sección de calentamiento.

15 La fibra de polietileno de peso molecular ultra elevado de la presente invención es preferiblemente aquella producida preparando una masa de polietileno que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos con respecto a la resina, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, enfriándola, y después estirando un hilo de filamento. Esto es debido a que si se usa tal método, el enmarañamiento entre las moléculas durante el hilado y el estirado es moderado, y la productividad mejora notablemente.

20 Además, en una realización preferible, la fibra de polietileno de peso molecular ultra elevado de la presente invención es aquella que usa un disolvente mixto que contiene un disolvente (A) que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o más en una cantidad de 20% en peso o más y menos de 99% en peso, y un disolvente (B) que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos en una cantidad de 1% en peso o más y menos de 80% en peso. No se prefiere usar un disolvente mixto que contenga el disolvente (A) en una cantidad de 99% en peso o más y el disolvente (B) en una cantidad de menos de 1% en peso, debido a que el efecto sobre la propiedad de estirado es pequeño. No se prefiere usar un disolvente mixto que contenga el disolvente (A) en una cantidad de 20% en peso o menos y el disolvente (B) en una cantidad de 80% en peso o más, debido a que la solubilidad del polietileno se deteriora drásticamente.

Es más preferible que el disolvente (A) : el disolvente (B) = 30:70 a 99:5 (relación en peso).

35 En otra realización preferible, la fibra de polietileno de peso molecular ultra elevado de la presente invención contiene un no disolvente en una cantidad de 10 ppm o más. Esto es debido a que tal fibra tiene una excelente propiedad de estirado, y la productividad mejora notablemente. Por otro lado, aunque el límite superior no está limitado particularmente, cuando contiene 10.000 ppm o más, la resistencia y el módulo elástico tienden a disminuir. El contenido del no disolvente está preferiblemente en un intervalo de 50 ppm a 5.000 ppm, y más preferiblemente de 100 ppm a 1.000 ppm. El no disolvente de la presente invención es un disolvente en el que un polietileno de peso molecular ultra elevado es insoluble, pero es compatible con un buen disolvente o un mal disolvente.

40 Además, la fibra de polietileno de peso molecular ultra elevado de la presente invención puede ser aquella que use un disolvente mixto que contenga un disolvente (A) que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o más en una cantidad de 50% en peso o más y menos de 99% en peso, y un disolvente (C) que es compatible con el disolvente (A) y en el que el polietileno es insoluble, en una cantidad de 1% en peso o más y menos de 50% en peso. No se prefiere usar un disolvente mixto que contenga el disolvente (A) en una cantidad de 99% en peso o más y el no disolvente (C) en una cantidad menor que 1% en peso, debido a que apenas se obtiene un efecto sobre la propiedad de estirado. No se prefiere usar un disolvente mixto que contenga el disolvente (A) en una cantidad menor que 50% en peso y el no disolvente (C) en una cantidad de 50% en peso o más, debido a que la solubilidad del polietileno se deteriora drásticamente. Es más preferible que el disolvente (A) : el disolvente (C) = 70:30 a 90:10 (relación en peso).

45 La fibra de polietileno de resistencia elevada de la presente invención contiene preferiblemente los disolventes (B) y (C) en una cantidad de 10 ppm o más. Esto es debido a que tal fibra de polietileno es extremadamente elevada en productividad. Aunque el límite superior no es particularmente un problema para la propiedad de estirado, si es mayor que 10.000 ppm, el módulo elástico y la resistencia de la fibra tienden a disminuir debido al efecto como plastificante. Un intervalo más preferible es de 50 ppm a 5000 ppm, e incluso más preferiblemente de 100 ppm a 1.000 ppm.

55 Además, la fibra de polietileno de peso molecular ultra elevado de la presente invención puede ser aquella que use un disolvente mixto que contenga el disolvente (B) en una cantidad de 50% en peso o más y menos de 99% en peso,

5 y un no disolvente (C) que sea compatible con el disolvente (B) y en el que el polietileno es insoluble, en una cantidad de 1% en peso o más y menos de 50% en peso. No se prefiere usar un disolvente mixto que contenga el disolvente (B) en una cantidad de 99% en peso o más y el no disolvente (C) en una cantidad menor que 1% en peso, debido a que apenas se obtiene efecto sobre la propiedad de estirado. No se prefiere usar un disolvente mixto que contenga el disolvente (B) en una cantidad menor que 50% en peso y el no disolvente (C) en una cantidad de 50% en peso o más, debido a que la solubilidad del polietileno se deteriora drásticamente. Es más preferible que el disolvente (B) : el disolvente (C) (relación en peso) = 99:1 a 70:30.

10 En el método de la presente invención, la concentración de polietileno en la disolución puede variar dependiendo de las propiedades del disolvente y del peso molecular y la distribución del peso molecular del polietileno. Cuando se usa polietileno que tiene un peso molecular particularmente elevado, por ejemplo que tiene una viscosidad intrínseca $[\eta]$ de 14 dl/g o más, según se mide usando decalina como disolvente a una temperatura de medida de 135°C, se produce fácilmente la fractura por fragilidad durante el hilado, y se hace muy difícil llevar a cabo el hilado, debido a que una masa mixta que tiene una concentración de 50% en peso o más se hace muy viscosa. Por otro lado, por ejemplo, un inconveniente de usar una masa mixta que tiene una concentración menor que 0,5% en peso es que disminuye el rendimiento, y por lo tanto aumenta el coste para la separación y recuperación del disolvente.

15 La masa mixta a usar se puede producir mediante diversos métodos, por ejemplo se puede producir suspendiendo un polietileno sólido en un disolvente, seguido de la agitación a temperatura elevada, o se puede producir suspendiendo un polietileno sólido en un disolvente, seguido del uso de una extrusora de doble tornillo equipada con una sección de mezclamiento y transporte.

20 En el método de la presente invención, la masa mixta se hace pasar a través de una hilera que tiene una pluralidad de orificios alineados para formar un filamento de masa. La temperatura de conversión en el filamento de masa se debe seleccionar de la temperatura que es igual a o mayor que el punto de disolución. Por supuesto, el punto de disolución depende del disolvente y de la concentración seleccionada, y es preferiblemente al menos 140°C o mayor, y más preferiblemente al menos 150°C o mayor. Por supuesto, esta temperatura se selecciona de la temperatura que es igual a o menor que la temperatura de descomposición del polietileno.

25 En el método de la presente invención, el filamento de masa se enfría con un gas preliminarmente rectificado o un líquido. Como gas usado en la presente invención, se usa aire o un gas inerte tal como nitrógeno o argón. Como líquido usado en la presente invención, se usa agua o similar.

EJEMPLOS

30 La invención se describirá con detalle más abajo con referencia a los Ejemplos, pero la invención no está limitada a ellos.

Los métodos de medida y las condiciones de medida para los valores característicos en la presente invención son los siguientes.

(Viscosidad intrínseca)

35 Las viscosidades específicas de diversas disoluciones diluidas se midieron con un viscosímetro de tubo capilar de tipo Ubbelohde usando decalina a la temperatura de 135°C. Las viscosidades específicas se dividieron entre la concentración para dar valores que se representaron entonces frente a la concentración. Las gráficas obtenidas se aproximaron a una línea recta por un método de mínimos cuadrados, y después la viscosidad intrínseca se determinó a partir del punto extrapolado en el origen de la línea recta. En la medida, la disolución para la medida se preparó añadiendo al polímero un antioxidante (marca "YOSHINOX BHT", producido por Yoshitomi Pharmaceutical Industries Ltd.) en una cantidad de 1% en peso, y disolviendo la muestra agitándola a 135°C durante 24 horas.

(Índice de viscosidad)

Con respecto a un disolvente del polietileno que no se describe en documentos tales como "Polymer Handbook Fourth Edition", el índice de viscosidad se determina mediante el siguiente método.

45 Se preparó una disolución disolviendo polietileno que tiene un peso molecular medio ponderal conocido de 50.000 o más y una distribución de pesos moleculares con un único pico de 8 o menos, en un disolvente. En este momento, se añade un antioxidante (marca "YOSHINOX BHT", producido por Yoshitomi Pharmaceutical Industries Ltd.) a la disolución en una cantidad de 1% en peso a polímero. Después, la viscosidad intrínseca se determina de la misma manera como se describe anteriormente. Se llevó a cabo la misma medición para al menos tres o más tipos de polietileno diferentes en peso molecular medio ponderal, para determinar la viscosidad intrínseca, y después se llevó a cabo la representación gráfica logarítmica doble de la viscosidad intrínseca frente al peso molecular medio ponderal. El índice de viscosidad se determinó a partir de la pendiente de una línea recta que se obtuvo de la aproximación de mínimos cuadrados de la gráfica logarítmica doble.

(Resistencia y módulo elástico de la fibra)

La resistencia en la presente invención se determinó midiendo una curva de deformación frente a esfuerzo a una temperatura atmosférica de 20°C y una humedad relativa de 65% mediante el uso de un "TENSILON", fabricado por Orientec Co. Ltd., en condiciones de una longitud de la muestra (distancia entre mandriles) de 100 mm y una velocidad de alargamiento de 100%/min, y calculando la resistencia (cN/dTex) a partir del esfuerzo y alargamiento en el punto de ruptura. El módulo elástico (cN/dTex) se determinó calculando a partir de una línea tangente que da el gradiente más grande en la vecindad del origen de la curva. Cada valor se determinó promediando diez valores medidos.

En la medida de la finura, se tomó un único hilo que tiene una longitud de alrededor de 2 m, se midió el peso del único hilo que tiene la longitud de 1 m, y la finura (dTex) se obtuvo convirtiéndolo en el peso para 10.000 m.

10 (Concentración de disolvente residual en el hilo)

La concentración del disolvente residual en el hilo en la presente invención se mide usando un "cromatógrafo de gases" fabricado por Shimadzu Corporation. En primer lugar, se ajustan 10 mg de un hilo de muestra en el inserto de vidrio del puerto de inyección del cromatógrafo de gases. Subsiguientemente, el puerto de inyección se calienta hasta una temperatura igual a o mayor que el punto de ebullición del disolvente, y después el disolvente generado por calentamiento se introduce en una columna mediante purga de nitrógeno. La temperatura de la columna se ajusta entonces a 40°C, y el disolvente se atrapa durante 5 minutos. Después, la medida se comenzó después de que la temperatura de la columna se elevó hasta 80°C. La concentración del disolvente residual se determinó al partir del pico resultante.

(Ejemplo 1)

20 Se formó un líquido semejante a una suspensión usando 1-decanol como disolvente y mezclando un polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 21,0 dl/g a una relación en peso de 3:97. La sustancia se disolvió mientras se dispersaba en una amasadora de tipo mezcladora equipada con dos cuchillas de agitación ajustadas a una temperatura de 160°C, para formar un material semejante a un gel. El material semejante a un gel se introdujo en un cilindro circular ajustado a una temperatura de 185°C sin enfriarlo, y después se extruyó a una velocidad de extrusión de 0,8 g/min a través de una hilera que tiene un orificio que tenía 0,8 mm de diámetro y se ajustó a una temperatura de 170°C. El filamento de masa extruido se enfrió al introducirlo en un baño de agua a través de un espacio de aire de 7 cm, y después se recogió a una velocidad de hilado de 20 m/min sin eliminar el disolvente. Seguidamente, el filamento de masa se secó a vacío a 40°C durante 24 horas para eliminar el disolvente. En este momento, se confirmó que la concentración del disolvente residual en el filamento de masa no había sido menor que 10 ppm. La fibra resultante se puso en contacto con un calentador metálico ajustado a 130°C, y se estiró a una relación de estirado de 6, y después el hilo estirado se recogió. Seguidamente, el hilo estirado se estiró adicionalmente a 149°C, y la relación de estirado se midió justo antes de la ruptura del hilo, y el valor así obtenido se tomó como una relación de estirado máxima. La relación de estirado máxima fue 17,5. En la Tabla 1 se muestran diversas propiedades físicas de la fibra de polietileno resultante.

35 Se encontró que la fibra resultante tuvo una gran relación de estirado máxima y una elevada resistencia y módulo elástico.

(Ejemplo 2)

40 La fibra se produjo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el líquido semejante a una suspensión se formó mezclando un polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 21,0 dl/g a una relación en peso de 3:97 en un disolvente mixto de decahidronaftaleno y 1-octanol, que se mezclaron preliminarmente a una relación en peso de 50:50. Cuando la fibra se estiró, la relación de estirado máxima fue 18,0. En la Tabla 1 se muestran diversas propiedades físicas de la fibra de polietileno resultante.

Se encontró que la fibra resultante tuvo una gran relación de estirado máxima y una elevada resistencia y módulo elástico.

45 (Ejemplo 3)

La fibra se produjo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el líquido semejante a una suspensión se formó mezclando un polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 21,0 dl/g a una relación en peso de 3:97 en un disolvente mixto de decahidronaftaleno y 1-dodecanol, que se mezclaron preliminarmente a una relación en peso de 50:50. Cuando la fibra se estiró, la relación de estirado máxima fue 18,5. En la Tabla 1 se muestran diversas propiedades físicas de la fibra de polietileno resultante.

Se encontró que la fibra resultante tuvo una gran relación de estirado máxima y una elevada resistencia y módulo elástico.

(Ejemplo 4)

La fibra se produjo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el líquido semejante a una suspensión se

5 formó mezclando un polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 21,0 dl/g a una relación en peso de 3:97 en un disolvente mixto de decahidronaftaleno y 1-hexanol, que se mezclaron preliminarmente a una relación en peso de 95:5, y el material semejante a gel se formó disolviendo la sustancia mientras se dispersaba en una amasadora de tipo mezcladora equipada con dos cuchillas de agitación ajustadas a una temperatura de 170°C. Cuando la fibra se estiró, la relación de estirado máxima fue 18,0. En la Tabla 1 se muestran diversas propiedades físicas de la fibra de polietileno resultante.

Se encontró que la fibra resultante tuvo una gran relación de estirado máxima, y una elevada resistencia y módulo elástico.

(Ejemplo 5)

10 La fibra se produjo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el líquido semejante a una suspensión se formó mezclando un polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 21,0 dl/g a una relación en peso de 3:97 en un disolvente mixto de 1-decanol y 1-hexanol, que se mezclaron preliminarmente a una relación en peso de 98:2, y el material semejante a gel se formó disolviendo la sustancia mientras se dispersaba en una amasadora de tipo mezcladora equipada con dos cuchillas de agitación ajustadas a una temperatura de 170°C. Cuando la fibra se estiró, la relación de estirado máxima fue 18,0. En la Tabla 1 se muestran diversas propiedades físicas de la fibra de polietileno resultante.

Se encontró que la fibra resultante tuvo una gran relación de estirado máxima, y una elevada resistencia y módulo elástico.

(Ejemplo comparativo 1)

20 La fibra se produjo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el filamento de masa se obtuvo usando decahidronaftaleno como el disolvente para polietileno. Cuando la fibra se estiró, la relación de estirado máxima fue 14,0.

(Ejemplo comparativo 2)

25 La fibra se produjo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el filamento de masa se obtuvo usando tetralina como el disolvente para polietileno. Cuando la fibra se estiró, la relación de estirado máxima fue 8,0.

(Ejemplo comparativo 3)

La fibra se produjo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usaron decalina y parafina como los disolventes para polietileno como el uso descrito en el documento WO00/24952. Cuando la fibra se estiró, la relación de estirado máxima fue 15,0.

[Tabla I]

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3
Disolvente que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o más	Ninguno	Decalina	Decalina	Decalina	Ninguno	Decalina	Decalina	Tetralina	Decalina, Parafina
Disolvente que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos	1-Decanol	1-Octanol	1-Dodecanol	Nada	1-Decanol	1-Decanol	Nada	Ninguno	Ninguno
No disolvente	Ninguno	Ninguno	Ninguno	1-Hexanol	1-Hexanol	1-Hexanol	Nada	Ninguno	Ninguno
Fración en peso de disolvente que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o más [%]	0	50	50	95	0	90	100	100	100
Fración en peso de disolvente que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos [%]	100	50	50	0	98	5	0	0	0
Fración en peso de no disolvente [%]	0	-	-	5	2	5	0	0	0
Relación de estrado máxima [-]	17,5	18,0	18,5	18,0	18,0	18,5	14,0	8,0	15,0
Finura [dTex]	0,6	0,6	0,5	0,6	0,6	0,5	1,0	1,5	0,9
Resistencia [cN/dTex]	43	44	42	42	41	40	31	27	27
Módulo elástico [cN/dTex]	1208	1221	1176	1121	1185	1102	1019	604	720
Cantidad residual de disolvente que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o más en hilo [ppm]	0	180	190	180	0	661	88	70	4340
Cantidad residual de disolvente que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos en hilo [ppm]	168	188	757	0	265	128	0	0	0
Cantidad residual de no disolvente en hilo [ppm]	0	0	0	488	124	68	0	0	0

APLICABILIDAD INDUSTRIAL

5 La fibra obtenida mediante el método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada de la presente invención se puede usar ampliamente para aplicaciones industriales, por ejemplo tejidos de altas prestaciones, tales como diversas ropas deportivas, prendas protectoras/a prueba de balas y guantes protectores, y diversos bienes de seguridad; diversos productos de cuerdas, tales como cuerdas de etiquetas, cuerdas de amarre, cuerdas de yate, y cuerdas de edificios; diversos productos de trenza, tales como líneas de pesca y cables ciegos; productos de redes, tales como redes de pesca y redes protectoras de pelotas; materiales reforzantes o diversos tejidos no tejidos para filtros químicos y separadores de baterías; materiales de cortina, tales como tiendas; fibras reforzantes para artículos deportivos, tales como cascos y tablas de esquí, para conos de altavoces, y para aplicaciones de materiales compuestos, tales como materiales preimpregnados y refuerzo de hormigón.

10

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una fibra de polietileno de resistencia elevada que comprende una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más, en la que la fibra contiene un mal disolvente (B) en el intervalo de 50 ppm a 5000 ppm con respecto a la resina, en la que el mal disolvente (B) tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos, en la que dicho índice de viscosidad es la pendiente de una línea recta de una gráfica logarítmica doble de la viscosidad intrínseca frente al peso molecular medio ponderal para al menos 3 resinas de polietileno diferentes que tienen un peso molecular medio ponderal de 50.000 o más y una distribución de pesos moleculares con un único pico de 8 o menos, en la que dicha viscosidad intrínseca se mide con un viscosímetro de tubo capilar de tipo Ubbelohde usando el mal disolvente (B) a la temperatura de alrededor de 135°C.
- 10 2. La fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 1, producida preparando una masa de polietileno que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un mal disolvente (B) que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos con respecto a la resina, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, y estirando un hilo de filamento después de enfriar.
- 15 3. La fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 2, producida mediante uso de un disolvente mixto que contiene un buen disolvente para la resina (A) y el mal disolvente (B), en la que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de buen disolvente (A) : mal disolvente (B) de 20:80 a 99:1, y el mal disolvente (B) es compatible con el buen disolvente (A).
- 20 4. La fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 3, en la que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de buen disolvente (A) : mal disolvente (B) de 30:70 a 95:5.
5. La fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 3 ó 4, en la que el buen disolvente (A) tiene un índice de viscosidad mayor que 0,6 con respecto a la resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más.
- 25 6. Una fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 1, en la que la resina contiene un no disolvente (C) en una cantidad de 10 ppm o más, en el que la resina es insoluble.
- 30 7. La fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 6, producida preparando una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto que contiene un mal disolvente (B) y un no disolvente (C) en el que la resina es insoluble, extruyendo la masa de polietileno a través de un orificio, y estirando un hilo de filamento después de enfriar, en la que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de mal disolvente (B) : no disolvente (C) de 99:1 a 50:50, y el no disolvente (C) es compatible con el mal disolvente (B).
- 35 8. La fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 7, en la que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de mal disolvente (B) : no disolvente (C) de 99:1 a 70:30.
- 40 9. Un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 1, que comprende preparar una masa de polietileno que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un mal disolvente (B) que tiene un índice de viscosidad de 0,6 o menos con respecto a la resina, extruir la masa de polietileno a través de un orificio, y estirar entonces un hilo de filamento después de enfriar.
- 45 10. El método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 9, que comprende preparar una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un buen disolvente (A) y un mal disolvente (B), extruir la masa de polietileno a través de un orificio, y estirar un hilo de filamento después de enfriar, en el que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de buen disolvente (A) : mal disolvente (B) de 20:80 a 99:1, y el mal disolvente (B) es compatible con el buen disolvente (A).
- 50 11. Un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 10, en el que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de buen disolvente (A) : mal disolvente (B) de 30:70 a 99:5.
- 55 12. Un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 9, que comprende preparar una masa mixta que tiene una concentración de polietileno de 0,5% en peso o más y menos de 50% en peso de una resina de polietileno de peso molecular ultra elevado que tiene una viscosidad intrínseca de 8 dl/g o más mediante uso de un disolvente mixto de mal disolvente (B) y un no disolvente (C) en el que la resina es insoluble, extruir la masa de polietileno a través de un orificio, y estirar un hilo de filamento después de enfriar, en el que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de disolvente (B) : disolvente (C) de 99:1 a 50:50, siendo el no disolvente (C) compatible con el disolvente (B).

13. Un método para producir una fibra de polietileno de resistencia elevada según la reivindicación 12, en el que el disolvente mixto tiene una relación (relación en peso) de mal disolvente (B): no disolvente (C) de 99:1 a 70:30.