

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 598 285**

51 Int. Cl.:

| | |
|--------------------|-----------|
| D01F 6/60 | (2006.01) |
| D01F 6/80 | (2006.01) |
| D02G 3/04 | (2006.01) |
| D06M 13/292 | (2006.01) |
| D02G 3/02 | (2006.01) |
| F16L 11/00 | (2006.01) |
| F41H 5/04 | (2006.01) |

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.12.2012 PCT/EP2012/075957**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.06.2013 WO13079729**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.12.2012 E 12813809 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.09.2016 EP 2847370**

54 Título: **Refuerzo textil que comprende fibra de aramida continua**

30 Prioridad:

09.05.2012 EP 12167307

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
26.01.2017

73 Titular/es:

**TEIJIN ARAMID B.V. (100.0%)
Velperweg 76
6824 BM Arnhem, NL**

72 Inventor/es:

**KWINT, HUIBERT CORNELIS;
HUISKAMP, JASPER JORRIT y
VAN CAMPEN, JAN**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 598 285 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

Refuerzo textil que comprende fibra de aramida continua

5 La invención se refiere a un refuerzo textil que comprende una fibra de aramida continua, en particular a un refuerzo textil tejido en punto, en espiral, trenzado, lineal o tejido. La invención también se refiere a una manguera, tubo, tubería (flexible), cable de fibra óptica, cable eléctrico, compuesto reforzado con fibra y artículo con resistencia balística, que comprenden dicho refuerzo textil.

La fibra de aramida se conoce bien en la técnica por su alta resistencia. Por lo tanto, es muy adecuada para uso en aplicaciones de refuerzo textil, por ejemplo, en las aplicaciones que se han mencionado anteriormente. Sin embargo, debido a sus propiedades específicas, existen problemas relacionados con el uso de aramida en estas aplicaciones.

10 Un problema es que durante la fabricación del refuerzo textil, por ejemplo, durante el tejido de punto, en espiral, trenzado, hilado o alineación lineal, puede producirse la fibrilación, lo que puede dar lugar a la formación de pelusa en el refuerzo textil, lo que da como resultado una calidad irregular del producto. Existe la necesidad de proporcionar un refuerzo textil en el que se resuelva este problema.

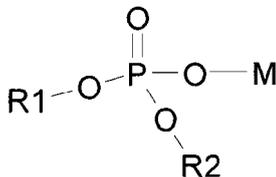
15 Un problema adicional, que es particularmente relevante para las estructuras en las que las fibras se entrelazan para formar bucles y nudos, por ejemplo, refuerzos textiles de tejido de punto, en espiral, trenzados o hilados, más particularmente refuerzos textiles de tejido de punto, trenzados o hilados, es que hay lugar para una mejora de la resistencia de la construcción. Esto se puede mostrar, por ejemplo, por una necesidad de una tenacidad de rotura del bucle mejorada de la fibra, en particular a temperaturas elevadas. La tenacidad de rotura de las fibras textiles fabricadas en configuraciones de bucle o de nudo es un valor de refuerzo, que predice la resistencia de la construcción de refuerzo.

20 Un problema adicional, que es particularmente relevante para los refuerzos textiles lineales, tales como cintas hechas a partir de fibra paralela, son las propiedades de extensión de fibra multifilamento. Una fibra multifilamento que muestra buenas propiedades de extensión permite la fabricación de cintas que tienen una relación relativamente alta del ancho con respecto al espesor.

25 En la técnica se han hecho esfuerzos para mejorar la capacidad de procesamiento de la fibra de aramida.

30 En el documento US 5.478.648 se ha divulgado el uso de mezclas de ésteres de fosfato de alquilo y ésteres etoxilados de fosfato de alquilo como un acabado para la fibra de aramida. Sin embargo, cuando estos acabados están presentes en refuerzos textiles de tubos o mangueras, presentan un inconveniente serio ya que dan lugar a una tenacidad de rotura de bucle inferior y un aumento de la fibrilación durante el procesamiento, lo que a su vez da lugar a la formación de pelusa en el producto final. Sorprendentemente, se ha descubierto que el uso de un acabado específico en la fibra continua usada en el refuerzo textil de la invención produce un refuerzo textil que no padece los problemas que se han indicado anteriormente. Más específicamente, la formación de pelusa en el refuerzo textil se reduce, mejora la resistencia de la construcción, tal como se demuestra por la tenacidad de rotura de bucle, y también mejoran las propiedades de extensión de la fibra.

35 Por lo tanto, la presente invención se refiere a un refuerzo textil que comprende fibra de aramida, cuya fibra es fibra continua y está dotada de un acabado que comprende éster de mono o di alquil fosfato o una mezcla de los mismos, cuyo acabado está libre de compuestos con grupos alcoxi; y donde el acabado de éster de mono o di alquil fosfato tiene la fórmula;



40 en la que R1 es alquilo C₁-C₁₅ de cadena ramificada o lineal, R2 es H, Li, Na, K o NH₄, o alquilo C₁-C₁₅ de cadena ramificada o lineal, y M es Li, Na, K o NH₄.

En una realización, la invención se refiere a un refuerzo textil que es un refuerzo textil tejido de punto, trenzado o hilado. En una realización, la invención se refiere a un refuerzo textil que es un refuerzo textil en espiral, en hebras o lineal.

45 El acabado permite que la fibra muestre excelentes propiedades de procesamiento durante las etapas de conversión tales como torsión, trenzado, tejido de punto, hebrado y enrollado. Como se usa aquí, el acabado evita por completo, o al menos de manera muy sustancial, la fibrilación de la superficie de la fibra de aramida durante la torsión anular, la doble torsión, el trenzado y el tejido de punto y, por lo tanto, los niveles de fibrilación son extremadamente bajos en comparación con acabados de aramida a base de aceite estándares basados en ésteres de ácidos grasos, tales

como aceite de coco y poliglicol. Esto da como resultado un refuerzo textil que muestra una calidad mejorada, menos pelusa y una continuidad mejorada. Sorprendentemente, se ha observado una ventaja distinta de la cohesión interfilamentaria inferior en refuerzos en hebras y lineales, tal como se conoce en los mercados de MRG y OFC (mangueras de refrigeración reforzadas y cables de fibra óptica). Una buena cobertura del núcleo de fibra óptica o de la manguera de caucho durante el hebrado es posible cuando la cohesión del haz de interfilamentos es baja. Otra característica de la presente invención es que la fibra de aramida con un acabado de fosfato de alquilo es particularmente adecuada para la fabricación de una cinta de aramida unidireccional, tal como se divulga en el documento US8.031.996. Debido a la cohesión interfilamentaria inferior se logra una fácil capacidad de extensión de la fibra la aplicación de matriz, y una buena humectación e impregnación en resina del haz de fibras se logra con un material de matriz termoplástica o curable, tal como se divulga en el documento US8.031.996. La resistencia del refuerzo textil, como es evidente por medio de la resistencia a la rotura de bucle, también se ha mejorado mucho.

Dentro del contexto de la presente memoria descriptiva, los refuerzos textiles son materiales de refuerzo que comprenden tela, en los que el término "tela" tiene el significado común como se define en el manual Textile Terms and Definitions (ed. The Textile Institute, página 88) y se refiere a cualquier conjunto fabricado de fibras y/o hilos que tienen un área superficial sustancial con respecto a su espesor y una resistencia mecánica suficiente para conferir al conjunto una cohesión inherente. Las telas pueden ser estructuras en las fibras se disponen de forma entrelazada, por ejemplo, en estructuras trenzadas, tejidas o tejidas de punto. Los tejidos también pueden ser estructuras en los que las fibras se disponen en estructuras no entrelazadas, por ejemplo, en disposiciones en espiral o lineales.

Los refuerzos textiles obtienen sus propiedades de refuerzo de la resistencia de la fibra en la dirección longitudinal. La fibra de aramida continua se usa para reforzar la estructura contra esfuerzos tales como presión o carga en la dirección longitudinal de la fibra de aramida. Por lo tanto, los refuerzos textiles de la presente invención se basan en fibra continua. Tal como es parte del conocimiento general del experto en la técnica, una fibra continua es una fibra de longitud larga continua que comprende múltiples filamentos continuos. La fibra continua es adecuada para uso directo en la producción de tejidos, por lo que la fibra continúa siendo una fibra multifilamento con filamentos de longitud continua después de las etapas sucesivas de conversión tal como la torsión y el trenzado. Normalmente, la fibra de aramida se hace proporcionando una solución de aramida en un solvente, tal como ácido sulfúrico a una tobera para hilar, que forma un fibra de aramida, después de una etapa de coagulación con agua, una etapa de lavado y una etapa de estirado. A menudo, este proceso se denomina hilatura por solución.

Por el contrario, una fibra básica es una fibra corta de longitud estandarizada, normalmente de 40-60 mm. Se forma cortando una fibra continua en piezas de longitud predeterminada. La fibra básica se puede usar tal cual, por ejemplo, como relleno. Sin embargo, también se puede convertir en una fibra por medio de un proceso de hilatura sin disolvente, en comparación con la hilatura de la lana. La fibra formada de esta manera no es una fibra continua con filamentos de longitud continua. Dado que está conformada de piezas cortas de fibra, no tiene la suficiente resistencia en la dirección longitudinal para aplicaciones de refuerzo. Por lo tanto, no se usa en refuerzos textiles, pero sí en otras aplicaciones textiles, en particular por sus propiedades resistentes al fuego o resistentes a la perforación, por ejemplo, para prendas ignífugas (guantes y trajes).

Además de la baja resistencia a la tracción del hilado de fibra a partir de la fibra básica, el hilado de fibra a partir de fibra básica no se puede extender, debido a las fibras cortas entrelazadas. Por lo tanto, las propiedades de extensión sorprendentemente buenas de la fibra continua dotada del acabado especificado usado en la presente invención no se aplican en absoluto a un hilado de fibra cortada a partir de fibra básica con los mismos acabados de fosfato de alquilo.

Por otra parte, cabe destacar que el documento JP 10212664 describe un acabado de hilatura para fibra básica de poliolefina, poliácilato o poliéster que contiene esteres de fosfato de alquilo tanto de cadena corta como larga con 18 a 22 átomos de carbono y de 8 a 12 átomos de carbono, respectivamente. Esta referencia se refiere a una fibra básica, que no tiene ninguna relevancia para la presente invención. Adicionalmente, debido al grupo alquilo de cadena larga, tales acabados no se pueden usar para hacer una solución o dispersión acuosa sin usar grandes cantidades de emulsionantes, tensioactivos y/o estabilizantes.

El documento US 2002/153504 divulgan ésteres de fosfato mixtos de grupos alquilo de cadena larga (de 16 a 22 átomos de carbono) y grupos polihidroxialquilo (con al menos tres grupos hidroxilo). Estos acabados también se aplican a la fibra básica, que no es relevante para la presente invención.

La Divulgación de Investigación 219 n.º 1, del 1 de julio de 1982, Processing finish for aramid staple yarn, describe fibras básicas de m-aramida dotadas de un acabado que es una mezcla de mono y diésteres de fosfato de alquilo. Esta referencia no describe cómo se aplica el acabado sobre las fibras básicas.

El documento EP1808526 describe fibras cortas de aramida dotadas de un acabado que es una mezcla de mono y diésteres de fosfato de alquilo. El acabado se aplica sobre fibra de aramida seca, que posteriormente se riza y se corta. La referencia indica que las fibras cortas tienen buenas propiedades de conversión, propiedades de agrupamiento y propiedades antiestáticas y una baja adhesión. Someter fibras cortas a un procedimiento de estirado sobre rodillos de caucho y metálicos es un proceso muy diferente a la hilatura de una solución de aramida para formar filamentos, que se procesan adicionalmente para formar una fibra continua. Por lo tanto, la divulgación de

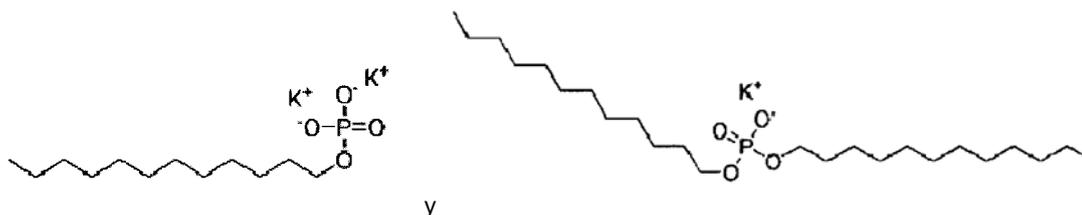
estos tres documentos no es relevante para la presente invención.

Aparte de las propiedades de procesamiento mejoradas, las ventajas adicionales de los ésteres de fosfato de alquilo de esta invención en aplicaciones de refuerzo textil sobre los ésteres de ácidos grasos son las excelentes características de carga antiestática que ya se producen a niveles de dosificación muy bajos (<0,4 % en peso en base al peso de la aramida), y la tenacidad de rotura del bucle aumentada para fibras retorcidas, especialmente a temperaturas elevadas que se pueden aplicar a mangueras de refrigeración, en un amplio intervalo de tpm (Z60-Z200 a 150 °C). El término Z60-Z200 se refiere a 60 a 200 tpm (torsión de la fibra en vueltas por metro) en la dirección Z (dependiendo de la dirección de la torsión, la fibra se conocerá como torsión S o torsión Z).

Debido a las excelentes características anti-estáticas del acabado descrito en el presente documento, es posible aplicar bajas cantidades de aplicación, por ejemplo, en el intervalo del 0,05 al 0,95 % en peso, en base al peso de la aramida. En otra realización, se usa del 0,10 al 0,50 % en peso del acabado.

En el éster de fosfato de alquilo usado en la presente invención, R1 es alquilo C₁-C₁₅ de cadena ramificada o lineal y R2 es H, Li, Na, K o NH₄, o alquilo C₁-C₁₅ de cadena ramificada o lineal.

Para aumentar la solubilidad en agua, se prefiere que R1 y/o R2 se seleccionen independientemente entre grupos alquilo C₃-C₁₅ de cadena ramificada o lineal, más preferiblemente, grupos alquilo C₄-C₁₄, C₆-C₁₄, C₈-C₁₄, C₆-C₁₂, C₈-C₁₂ o C₈-C₁₀ de cadena ramificada o lineal. Los ésteres de fosfato de alquilo en los que R1 y/o R2 se seleccionan de alquilo C₄, C₆, C₈, C₁₀ o C₁₂ son muy útiles. Estos grupos alquilo pueden ser de cadena ramificada o lineal, pero se prefieren normalmente los grupos alquilo de cadena lineal. Tanto el grupo R1 como R2 puede ser alquilo. También es posible que R1 sea un grupo alquilo y R2 sea H, un metal alcalino o amonio. Es muy útil aplicar mezclas de ésteres de mono y dialquilo fosfato. Un éster de fosfato de alquilo particularmente útil tiene grupos alquilo C₆ o C₁₂ de cadena lineal. Este puede ser el éster de monoalquilo C₆ o C₁₂ o el éster de dialquilo C₆ o C₁₂, o una combinación de grupos de mono y dialquilo C₆ o C₁₂ de cadena lineal. Se prefiere el uso de monoéster de alquilo C₁₂ de cadena lineal, el diéster de alquilo C₁₂ de cadena lineal y combinaciones de los mismos. Entonces, M es preferiblemente un metal alcalino, lo más preferiblemente K (potasio) para dar una mezcla de éster de monododecil fosfato potásico y éster de didodecil fosfato potásico, es decir, para alquilo C₁₂:



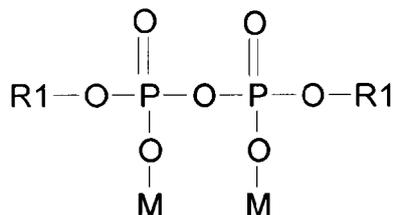
En todos los ésteres de fosfato usados en esta invención, M es Li, Na, K o NH₄, en los Li, Na y K son metales alcalinos. K es el más preferido como grupo M.

Además, se debería comprender que los alcoholes alquílicos con 6 a 15 átomos de carbono están a veces disponibles en el mercado como mezclas que tienen cantidades menores de alcoholes alquílicos inferiores y superiores. Tales materiales de partida se pueden usar para hacer los ésteres de fosfato de alquilo, que también consisten entonces en una mezcla de ésteres de fosfato de alquilo con un grupo alquilo mayor y más corto. Sin embargo, no se reivindican los ésteres de fosfato de alquilo con grupos alquilo mayores de C₁₅.

En una realización, el acabado presente en la fibra de aramida está libre de ésteres de fosfato de alquilo, donde el grupo alquilo tiene más de 15 átomos de carbono. En el contexto de la presente memoria descriptiva, esto significa que los ésteres de fosfato de alquilo en los que el grupo alquilo tiene más de 15 átomos de carbono no están presentes en el acabado o en la fibra en una cantidad de más del 1 % en peso en base al peso de sólidos secos. Más preferiblemente, los ésteres de fosfato de alquilo en los que el grupo alquilo tiene compuestos de más de 15 átomos de carbono, no están presentes en el acabado o en la fibra en cantidades detectables. El acabado usado en la presente invención se deriva preferiblemente de una solución o dispersión acuosa que comprende el anterior éster de mono o dialquilo fosfato, cuya solución está libre (menos del 1 % en peso en base al peso de sólidos secos, preferiblemente indetectables) de estabilizadores que contienen alcoxi, emulsionantes, tensioactivos, y similares. Además, se prefiere que otros estabilizadores, emulsionantes o tensioactivos y similares sólo estén presentes en cantidades bajas y, preferiblemente, no estén presentes o sustancialmente no estén presentes en absoluto. Esto es particularmente importante para evitar la formación de fibrillas durante el trenzado, tejido de punto, formado en espiral o hilado, tal como un hilado circular. Esto requiere usar ésteres de fosfato con grupos alquilo que no tengan más de 15 átomos de carbono. Los ésteres de fosfato con grupos alquilo superiores no se pueden usar en soluciones o dispersiones acuosas sin usar dichos compuestos auxiliares, o sin aplicar concentraciones extremadamente bajas y/o temperaturas de trabajo altas. Además, este acabado no contiene compuestos con éteres de alquilo, tal como ésteres metoxilados o etoxilados de fosfato, cuyos éteres alquílicos conducen a una tenacidad de rotura de bucle más baja y una fibrilación aumentada durante el procesamiento.

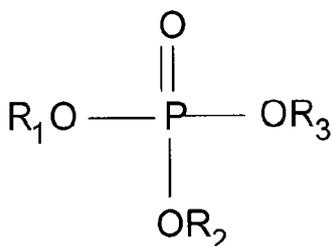
El éster de monoalquilo fosfato puede estar (parcialmente, hasta aproximadamente el 30 % en peso) presente como

su dímero, el éster de dialquil pirofosfato con la fórmula:



en la que R1 y M tienen los significados que se han dado previamente.

5 Este acabado puede contener además del 0 al 20 % en peso (más preferiblemente del 0 al 10 % en peso) del éster de trialquil fosfato de la fórmula:



10 en la R₁, R₂ y R₃ son independientemente grupos alquilo C₁-C₁₅ de cadena ramificada o lineal. Preferiblemente, R₃ es el mismo que R₁ y/o R₂, y lo más preferiblemente todos los grupos R₁, R₂ y R₃ son iguales. Los grupos preferidos R₁, R₂ y R₃ son aquellos que se han dado proporcionado anteriormente para las realizaciones preferidas de R₁.

15 Por ejemplo, una composición muy útil es una mezcla de monoalquil éster de ácido fosfórico del 30 al 70 % en peso y dialquil éster de ácido fosfórico del 25 al 65 % en peso, dialquil éster de ácido pirofosfórico del 0 al 30 % en peso y trialquil éster de ácido fosfórico del 0 al 10 % en peso (con respecto a un total del 100 % en peso) siendo los alquilésteres como se han descrito anteriormente. Por ejemplo, los ejemplos de tales composiciones son productos disponibles en el mercado tales como Lurol A-45 (Goulston), Synthesin ARA® (Boehme), Leomin PN® (Clariant), Stantex ARA® (Pulcra Chemicals) y Lakeland PA800K® (Lakeland). Los productos LDP80 y LDP161 de Lakeland también han demostrado ser útiles. Estos productos se han analizado usando ³¹P RMN y la composición correspondiente (la mezcla de éster de mono, di, tri y pirofosfato) se ha calculado y proporcionado en la Tabla 1.

TABLA 1. Porcentaje en peso de la composición (obtenido a partir de los datos de ³¹P RMN)

| Nombre del producto | Proveedor | Grupos alquilo* | Porcentaje en peso de la composición | | | |
|---------------------|-----------|--------------------------------|--------------------------------------|-----------------|------------------|-------------------|
| | | | mono [#] | di [#] | tri [#] | piro [#] |
| Lurol A45 | Goulston | hexilo (C ₆) | 45 | 54 | 1 | 0 |
| LDP161 | Lakeland | 2-etilhexilo (C ₈) | 66 | 30 | 4 | 0 |
| LDP80 | Lakeland | decilo (C ₁₀) | 60 | 36 | 4 | 0 |
| Leomin PN | Clariant | laurilo (C ₁₂) | 37 | 56 | 0 | 7 |
| Synthesin ARA | Boehme | laurilo (C ₁₂) | 37 | 47 | 0 | 16 |
| Stantex ARA | Pulcra | laurilo (C ₁₂) | 38 | 47 | 0 | 15 |

* todos los grupos alquilo de los esteres de fosfato son los mismos y son como se indican en esta columna.

[#] mono, di, tri y piro se refieren a monoalquil éster de ácido fosfórico, dialquil éster de ácido fosfórico, trialqui éster de ácido fosfórico, y dialquil éster de ácido pirofosfórico, respectivamente

20

El acabado presente en la fibra de aramida está libre de compuestos con grupo alcoxi. En el contexto de la presente memoria descriptiva, esto significa que los compuestos con grupos alcoxi no están presentes en el acabado o en la

fibra en una cantidad de más del 1 %, en peso en base al peso de sólidos secos. Más preferiblemente, los compuestos con grupos alcoxi no están presentes en el acabado o en la fibra en cantidades detectables.

En una realización, el acabado comprende menos del 10 % en peso de éteres de alquilo, tal como ésteres metoxilados o etoxilados de fosfato. Se ha encontrado que la presencia de éteres de alquilo afecta de manera perjudicial el procesamiento de la fibra y las propiedades de la fibra resultante. Se prefiere que el acabado comprenda menos del 5 % en peso de éteres de alquilo, más específicamente menos del 3 % en peso, aún más específicamente menos del 2 % en peso. En una realización, el acabado no contiene además compuestos con éteres de alquilo. En el contexto de la presente memoria descriptiva, esto significa que los éteres de alquilo no están presentes en el acabado o en la fibra en una cantidad de más del 1 % en peso en base al peso de sólidos secos. Más preferiblemente, los éteres de alquilo no están presentes en cantidades detectables.

El tejido se trenza, se teje en punto, se forma en espiral, se convierte o se hila (por ejemplo, circular) de una manera conocida en la técnica y comprende la fibra de aramida terminada. La fibra de aramida únicamente incluye fibras multifilamento continuas, por lo tanto, no fibras básicas, mechas, pulpa, elásticas discontinuas o de corte pequeño. El acabado de hilatura se puede aplicar directamente después de la hilatura de los filamentos durante el tratamiento posterior. La aplicación del acabado se puede realizar por medio de métodos y equipo conocidos, tales como inmersión, aplicador de incisión, rodillo embarrador o atomización. Normalmente, la fibra se pone en contacto con el acabado en un baño o mediante rodillos de contacto o aplicadores de incisión. Las velocidades convencionales de la fibra son de 10 a 700 m/min, más preferiblemente de 25 a 500 m/min. Preferiblemente, el tejido únicamente contiene la fibra de aramida continua terminada, pero también puede contener otras fibras distintas que no son de aramida.

La fibra de aramida, preferiblemente es una fibra de para-aramida, tal como poli(p-fenilentereftalamida), que se conoce como PPTA y está disponible en el mercado como Twaron® o Kevlar®, o poli(p-fenilentereftalamida) que contiene unidades de 3,4'-diaminodifeniléter (para dar una fibra disponible en el mercado como Technora®), o aramiditas que contienen unidades de 5(6)-amino-2-(p-aminofenil)bencimidazol (DAPBI), para proporcionar, por ejemplo, una fibra conocida con el nombre de Ruser®. En Technora® y Ruser®, los monómeros de 3,4'-diaminodifeniléter y DAPBI reemplazan parte de los monómeros de para-fenilenediamina (PPD) durante la polimerización de los monómeros de PPD y TDC (dicloruro de tereftaloilo).

Las fibras de aramida de la presente invención destacan por sus excelentes propiedades mecánicas, tal como la alta resistencia a la rotura y módulo inicial y bajas extensiones de rotura, y también por las aplicaciones favorables que se han mencionado anteriormente, y las propiedades de procesamiento adicionales. La sección transversal de los filamentos individuales de las fibras de la presente invención puede ser opcional, por ejemplo, triangular o plana, o en particular elíptica o circular.

Cuando se usan los acabados de la técnica anterior, tal como los acabados etoxilados mixtos del documento US 5.478.648, las fibras de aramida poseen una alta cohesión interfilarmentaria. Siempre se ha creído que la alta cohesión interfilarmentaria es esencial para el uso de la fibra en la producción de materiales laminados textiles por combinación, torsión, trenzado, hilado o plegado, y debido a que se puede esperar más fibrilación para fibras con baja cohesión interfilarmentaria, los acabados se seleccionaron por su capacidad para aumentar la cohesión interfilarmentaria. Al contrario de la creencia de que usar acabados aumenta la cohesión interfilarmentaria, el acabado de las fibras de aramida de la presente invención da lugar normalmente a una cohesión interfilarmentaria más baja y, a primera vista, tales fibras pueden parecer inadecuadas para su uso en aplicaciones que aplican trenzado, tejido en punto, hilado y formado en espiral. Sorprendentemente, aunque el presente acabado da lugar a una cohesión interfilarmentaria más baja, sin embargo se observó una mejora con respecto a la formación de fibrillas. Las fibras tratadas con el presente acabado reivindicado, que no comprenden compuestos alcoxilados (es decir, menos del 1 % en peso, preferiblemente el 0 % en peso) para aumentar la cohesión interfilarmentaria, parecieron carecer casi por completo de cualquier fibrilación, mientras que las propiedades anti-estáticas aún son tan buenas como las del documento US 5.478.648.

También se encontró que la abrasión de los presentes acabados de hilatura, en comparación con el acabado divulgado por ejemplo en el documento US 5.478.648, por ejemplo, en el transcurso de la torsión y el enrollado, es muy baja y el material desgastado está en la forma de polvo, se puede eliminar fácilmente y no forma un conformado pegajoso en los elementos de deflexión. En comparación con los sistemas convencionales, se observó una mejora de aproximadamente 86-98 %.

Durante la producción de la fibra de alto módulo Twaron® bajo alta tensión de fibra y altas temperaturas de secado, la fibrilación de la fibra se suprimió significativamente cuando se proporcionó con un acabado de Leomin PN® al 0,4 % (una mezcla de éster de monododecil fosfato dipotásico y éster de didodecil fosfato potásico) en comparación con acabados estándar a base de ésteres de ácidos grasos. La fibra de alto módulo se secó a 170 °C durante 1,06 a 2,65 s, a una tensión de 203 mN/tex (2,03 cN/dtex), posteriormente se secó a 190 °C durante 1,06 a 2,65 s, a una tensión de 193 mN/tex (1,93 cN/dtex) y posteriormente se secó a 250 °C-400 °C durante 1,06-1,33 s, a una tensión de 158-203 mN/tex (1,58-2,03 cN/dtex) y después se enfrió aplicando agua con un rodillo de contacto a una tensión de 118 mN/tex (1,18 cN/dtex).

Los acabados de fosfato de alquilo se consideran muy adecuados para permitir la producción de fibra Twaron® de

alto módulo con módulos en el intervalo de 100-150 GPa. La resistencia a altas temperaturas de los acabados de fosfato de alquilo y la supresión de la fibrilación a temperaturas elevadas en comparación con acabados estándares a base de ésteres de ácidos grasos y a base de etoxilados y propoxilados facilita las altas temperaturas de secado de hasta 400 °C.

5 Un campo de aplicación es el uso de fibra de aramida de acabado retorcido o sin retorcer en los materiales textiles de esta invención para refuerzo de artículos de caucho mecánicos, tales como mangueras industriales y de refrigeración, así como tuberías flexibles. Las mangueras industriales y tuberías flexibles reforzadas con fibras, tales como líneas de flujo flexibles, se usan frecuentemente en la industria del petróleo y del gas, aunque algunos ejemplos típicos de mangueras reforzadas con fibras en aplicaciones automotrices son mangueras de refrigeración, 10 mangueras de combustible y mangueras turbocargadoras. Por ejemplo, las mangueras industriales reforzadas que requieren aramida son mangueras hidráulicas que operan en áreas de alta tensión, o mangueras para pintar por atomización que pueden soportar disolventes químicos, o mangueras planas que han de doblarse y desdoblarse varias veces sin sacrificar el rendimiento.

15 La fibra de aramida se usa típicamente en cordones hidráulicos para reforzar las mangueras termoplásticas de alta presión que son un componente de cordones hidráulicos usados en la producción marítima de petróleo y gas. Además, los refuerzos de aramida se usan frecuentemente en tuberías flexibles para la industria marítima de petróleo y gas como una protección de jaulas anti-aves (cinta/tela de ABC). La protección de ABC evita la deformación hacia afuera de las capas de acero internas. Normalmente, el refuerzo de aramida comprende fibras en paralelo embebidas en una matriz polimérica como una cinta o como un listón/tela estrecha de fibras retorcidas. 20 Otros plásticos o materiales compuestos reforzados de aramida lineal, tales como varillas y cables corrugados unidireccionales, se benefician de las propiedades mejoradas de procesamiento durante la producción debido al uso de acabados de fosfato de alquilo. La baja fibrilación evita la acumulación de fibrillas y pelusas en las máquinas de producción durante la conversión de la fibra de aramida en productos de material compuesto. El plástico reforzado con fibra de aramida (AFRP) (también llamado polímero reforzado con fibra de aramida) es un material compuesto 25 hecho de una matriz polimérica reforzada con fibras de aramida. Normalmente, el polímero es una resina termoestable epoxi, de viniléster o poliéster. Los AFRP se pueden usar en la industria aeroespacial, automotriz, marina y de construcción. El AFRP también se puede usar para reforzar estructuras de hormigón. Los elementos de refuerzo de hormigón de AFRP proporcionan estructuras más ligeras, más fáciles de ensamblar y más duraderas que están libres del deterioro causado por la corrosión del acero.

30 Otro campo de aplicación es el uso de fibra de aramida de alto módulo en los materiales textiles de esta invención para el refuerzo lineal o en espiral de cables de fibra óptica y cables eléctricos. Los cables de fibra óptica se refuerzan típicamente trenzando el refuerzo de aramida alrededor del núcleo óptico con una longitud de extensión específica. La alta resistencia y módulo de fibras de aramida evitan que las fibras ópticas de vidrio en el cable se sometan a fuerzas externas que den como resultado una rotura de las fibras de vidrio. Normalmente, las fibras 35 ópticas de vidrio se ubican en tubos huecos termoplásticos finos en el cable (denominados construcciones de tubo central y holgado) o se extruye una capa termoplástica sobre la fibra óptica (construcción de tubo ajustado). Por lo general, el cable interior está completamente cubierto con fibras de aramida de refuerzo, especialmente para la construcción de tubo ajustado. Otra característica importante de las fibras de aramida es su excelente resistencia al calor. Durante la producción del cable de fibra óptica, se extruye una camisa termoplástica alrededor del cable 40 interior para protección frente al desgaste. Las fibras de aramida situadas entre la camisa y los tubos forman una capa de aislamiento y evitan la fusión por derretimiento de ambas partes durante la extrusión. Como resultado de la fusión por derretimiento, la transmisión de las señales ópticas se puede alterar. La fusión por derretimiento también hará imposible la conectorización del cable en caso de un cable de tubo ajustado. Para evitar la fusión por derretimiento en los casos en los que no se desea, se usa más material de refuerzo como aislante en este cable del 45 que se desea desde el punto de vista de resistencia del cable o el módulo del cable.

Experimental:

Tenacidad de rotura de bucle (LBT) y resistencia a la rotura del bucle (LBS)

La tenacidad y resistencia a la rotura del bucle se midieron aplicando el método descrito en ASTM D3217-01, modificado para fibra de aramida. El método de ensayo estándar para la tenacidad de rotura de fibras textiles 50 fabricadas en configuraciones de bucle o nudo se aplicó usando el siguiente procedimiento que se ha modificado para fibras de aramida:

La fibra de aramida se retuerce antes de la medición debido a que mucho más representativa para la aplicación final en tubos y mangueras. La fibra se retuerce antes de esta determinación, por lo que la cantidad de torsión a insertar se calcula con la ecuación:

$$YT(tpm) = \frac{(1055 \pm 50)}{\sqrt{LD}}$$

en la que YT = torsión de la fibra en vueltas por metro (tpm) y LD = densidad lineal en tex.

5 La fibra retorcida se seca previamente en la bobina de torsión durante 3 horas en un horno ventilado a 45 ± 5 °C y, posteriormente, se acondiciona durante al menos 16 horas en una atmósfera de ensayo estándar (temperatura 20 ± 2 °C; humedad relativa 65 ± 2 %). El ensayo se realiza a 150 °C, por lo que se coloca un tubo de horno especial entre las abrazaderas para lograr esta temperatura durante el ensayo. Se requiere un calentamiento previo de la fibra de aramida durante 30 segundos a 150 °C.

El número de determinaciones por muestra de laboratorio es al menos $n = 5$ (roturas de abrazaderas no incluidas). La tenacidad de rotura de bucle se proporciona en mN/tex y la resistencia a la rotura de bucle, en N.

10 La longitud entre puntos en la máquina de ensayo de tracción medida entre los dos puntos de agarre eficaces es 500 ± 1 mm. La velocidad de extensión de la máquina de ensayo de tracción es 250 ± 10 mm/min (la velocidad normal es del 50 % de la longitud entre puntos por minuto).

15 El intervalo de medición para la fuerza se establece para obtener una fuerza máxima ejercida durante el ensayo que se encuentra entre el 10 y el 90 % de ese intervalo. La presión de aire para las abrazaderas neumáticas se ajusta de manera que en la abrazadera no se produzca ningún deslizamiento o rotura de la muestra. Se eliminan aprox. 50 m de fibra de la capa exterior de la bobina y se desechan antes de tomar las muestras de ensayo.

20 Las muestras de ensayo se toman en intervalos irregulares desde al menos 5 m del material en la parte central de una bobina de torsión y desde 5 cm desde los bordes. La bobina con material se coloca en un soporte, de manera que el material pueda extraerse tangencialmente. Cada muestra consiste en dos piezas de fibra tomadas desde una bobina trenzada. Ambos extremos de una pieza se montan en las mordazas de la abrazadera superior, siendo la longitud del bucle aproximadamente igual a la mitad de la longitud entre puntos, y la abrazadera se cierra. En el montaje de los bucles en las abrazaderas, se evita cualquier cambio en la torsión de las piezas de fibra.

Índice de fibrilación (ensayo de pasador de fricción)

25 El índice de fibrilación (FI) se determina exponiendo la fibra de aramida a fricción excesiva sobre una varilla de vidrio estática a seis niveles de tensión. Las fibrillas que se forman se recogen en un filtro usando vacío y se pesan. El índice de fibrilación se calcula en base a la cantidad total de fibrillas generadas durante los ensayos a estas seis tensiones diferentes. Típicamente, se cargan seis carretes de manera simultánea y se activan a 6 tensiones previas diferentes, por lo que cada carrete se ejecuta en las 6 diferentes tensiones previas (en total, 6 realizaciones en 6 diferentes ajustes de tensión de 2000 metros, en total, 72 kilómetros, dando como resultado una cantidad media de fibrilación en mg por tensión previa). El índice de fibrilación (FI, unidades arbitrarias) es una medida para la cantidad
30 total de fibrilación generada durante el ensayo del pasador de fricción en las condiciones de ensayo dadas, y representa el área bajo la curva de respuesta del ensayo de pasador de fricción, en la que la fibrilación media (mg) se representa gráficamente frente a la tensión ajustada $F1$ (en 6 puntos: 6, 9, 12, 15, 18, 21 cN).

Condiciones de ensayo

Longitud de ensayo = 2000 m por ajuste de tensión

35 Velocidad = $200 \pm 0,2$ metros/min.

Pre-tensión ($F1$) = 6, 9, 12, 15, 18, 21 cN (cada ± 1 cN)

Ángulo de envoltura = 130°

Pasador de fricción = vidrio

Diámetro de pasador = 4 mm

40 *Variables medidas*

Tensión previa $F1$ (cN)

Tensión posterior $F2$ (cN)

Fibrilaciones (mg)

Temperatura ajustada a 20 ± 2 °C (temperatura ambiente)

45 Humedad relativa del aire (%) ajustada a 65 ± 2 % (HR)

El equipo de ensayo se representa esquemáticamente en la figura 1, en la que:

1 es un tensor de disco cerámico de color rosa (Rapal DD30)

2 es un rodillo de derivación (Barmag, recubrimiento cerámico)

3 es un pasador de fricción (vidrio, diámetro de pasador = 4 mm)

4 es un medidor de tensión (F1, tensión previa)

5 es un medidor de tensión (F1, tensión posterior)

5 6 es un contador de deshilachado por infrarrojos (contador Fraytec II en línea)

7 es un tubo de vacío (conectado a una aspiradora)

8 es un portafiltro (30 mm de diámetro, tamaño de malla 65 µm)

Ensayo de corte para determinar la cohesión del filamento

10 Una muestra de fibra sin retorcer de 60 cm de largo se suspende verticalmente sobre una mesa. Su extremo superior se asegura en una abrazadera. En el extremo inferior libre de la muestra se coloca un peso tal que la tensión en la muestra de fibra es de 1 cN/dtex. Posteriormente, la muestra de fibra sin retorcer se corta 40 cm por debajo del punto de suspensión. Después, de la mitad superior suspendida restante de la muestra, se miden la longitud y el ancho mayor del extremo recientemente formado y posiblemente acampanado, en el punto del que se cortó la fibra a través. El grado en el que la fibra se ha abierto en vertical y en horizontal como resultado de haber sido cortada bajo la tensión que se ha mencionado anteriormente es indicativo del grado de cohesión de los filamentos. El ensayo se repite tres veces y tanto el ancho vertical como la longitud horizontal abierta en cm se notifica incluyendo el valor de extensión. El máximo valor posible de longitud vertical abierta en esta configuración de ensayo es de 40 cm.

La invención se ilustra por los siguientes ejemplos no limitantes.

20 **Ejemplo 1**

Se preparó una solución madre de acabado basada en Leomin PN® (10 % en peso) diluyendo Leomin PN® (75 % en peso; ex Clariant) en una solución al 10 % en agua desmineralizada caliente (60 °C). Para obtener la solución de acabado de hilatura final (1,5 % en peso), la solución madre de Leomin PN® se diluyó adicionalmente en agua desmineralizada caliente (40 °C) y se agitó durante 15 minutos, después de lo cual estuvo lista para aplicarse sobre la fibra. La fibra multifilamento sin acabar Twaron® con una densidad lineal de 1716 dtex y un recuento de filamentos 1000 (de un único lote de PPTA del 19,4 % y un contenido de humedad final del 6 % directamente después de la hilatura) se trató en línea con acabado Leomin PN® a un nivel de dosificación de 0,2-0,4 y Leomin PN® al 0,6 % en peso y una velocidad de hilatura de 350 m/min usando un aplicador de incisión. La muestra de referencia se terminó posteriormente en las mismas condiciones de hilatura con acabado Leomin OR® (que consistía en ésteres de poliglicol de ácidos grasos, ex Clariant) al 0,6 y el 0,8 % en peso. La resistencia a la rotura del bucle se midió a un nivel de torsión (Z80) a 150 °C, y los resultados de las mediciones se dan en la Tabla 2.

Tabla 2. Resistencia a la rotura del bucle (LBS)

| Torsión Z80, Twaron® 1716 dtex/f1000 | Leomin OR® valor medio del 0,6 al 0,8 % en peso (técnica anterior) | Leomin PN® valor medio del 0,2, 0,4, y del 0,6 % en peso (invención) | Aumento de la tenacidad (%) |
|--------------------------------------|--|--|-----------------------------|
| LBS (N) a 150 °C | 207 | 244 | 18 |

35 La Tabla 3 muestra los resultados de la fibrilación con el índice de fibrilación (FI). El ensayo de pasador de fricción se ejecutó con fibra Twaron® sin retorcer.

Tabla 3. Resultados de prueba de pasador de fricción (fibrilación) con fibra Twaron® sin retorcer

| Twaron® 1716 dtex/f1000 | Leomin OR® valor medio del 0,6 al 0,8 % en peso (técnica anterior) | Leomin PN® valor medio del 0,2, 0,4, y del 0,6 % en peso (invención) | Descenso de fibrilación (%) |
|-------------------------|--|--|-----------------------------|
| FI | 400 | 13 | 97% |

La Tabla 4 muestra la cohesión filamentaria (prueba de corte) de la fibra sin retorcer con tres niveles de acabado de Leomin PN y dos niveles de acabado de Leomin OR®.

40

Tabla 4. Resultados de cohesión filamentaria (resultados de prueba de corte)

| Acabado | % en peso | Longitud (vertical) | | Anchura (horizontal) | |
|------------|-----------|---------------------|-----------|----------------------|-----------|
| | | promedio | extendido | promedio | extendido |
| | | cm | cm | cm | cm |
| Leomin PN® | 0,2 | 40,0* | 0,0 | 3,4 | 1,9 |
| | 0,4 | 40,0* | 0,0 | 1,9 | 1,1 |
| | 0,6 | 40,0* | 0,0 | 3,0 | 1,7 |
| Leomin OR® | 0,6 | 8,3 | 1,5 | 0,4 | 0,2 |
| | 0,8 | 6,0 | 1,0 | 0,4 | 0,2 |

* valor de longitud vertical máximo posible en el ajuste de la prueba

Ejemplo 2

Una solución madre de acabado basada en Synthesin ARA® (10 % en peso) se preparó diluyendo Synthesin ARA® (56 % en peso; ex Boehme) en una solución al 10 % en agua desmineralizada caliente (40 °C). Para obtener la solución de acabado de hilatura final (1,5 % en peso), la solución madre Synthesin ARA® se diluyó adicionalmente en agua desmineralizada caliente (40 °C) y se agitó durante 15 minutos, después de lo cual estuvo lista para aplicarse sobre la fibra. La fibra multifilamento sin acabar Twaron® 1700 dtex y un recuento de filamentos 1000 se produjo en una única prueba de hilatura (de un único lote de PPTA del 18,95 % y un contenido de humedad final del 10 % directamente después de la hilatura) y se trató en línea con acabado Synthesin ARA® a un nivel de dosificación de Synthesin ARA® al 0,26 % en peso y una velocidad de hilatura de 350 m/min usando un aplicador de incisión. La muestra de referencia se terminó posteriormente en las mismas condiciones de hilatura con acabado Leomin OR® (que consistía en ésteres de poliglicol de ácidos grasos, ex Clariant) al 0,55 % en peso. La tenacidad de rotura de bucle se midió a diferentes niveles de torsión a 150 °C de acuerdo con la prueba anterior, y la fibrilación se midió de acuerdo con el ensayo de pasador de fricción que se ha descrito anteriormente. En la Tabla 5, los resultados de prueba de Leomin OR® (técnica anterior) y Synthesin ARA (invención) se han dado en función de la torsión Z, y se ha resumido el aumento relativo de la invención sobre la técnica anterior. En todos los casos se observó un aumento en el valor de la tenacidad de rotura de bucle absoluto.

Tabla 5. Tenacidad de rotura de bucle de Leomin OR® (técnica anterior) en función de la torsión

| Torsión Z (tpm) | LD (dtex) | LBT 150 °C Leomin OR® (mN/tex) | LBT 150 °C Synthesin ARA® (mN/tex) | Aumento relativo del valor LBT (%) |
|-----------------|-----------|--------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| 60 | 1708 | 747 | 832 | 11 |
| 80 | 1710 | 725 | 827 | 14 |
| 100 | 1716 | 665 | 831 | 25 |
| 120 | 1720 | 674 | 817 | 21 |
| 140 | 1725 | 652 | 814 | 25 |
| 160 | 1732 | 685 | 794 | 16 |
| 180 | 1739 | 696 | 788 | 13 |
| 200 | 1748 | 698 | 776 | 11 |

En la Tabla 6, los resultados de fibrilación se han indicado con el índice de fibrilación (FI). El ensayo de pasador de fricción se ha ejecutado con fibra Twaron® sin retorcer.

Tabla 6 Resultado de la prueba de pasador de fricción (índice de fibrilación)

| Twaron® 1700dtex/f1000 | Leomin OR® 0,55 % en peso (técnica anterior) | Synthesin ARA® 0,26 % en peso (invención) | Descenso relativo (%) |
|---------------------------|---|--|--------------------------|
| FI | 246 | 6 | 98% |

Ejemplo 3

5 Una solución madre de acabado de Lurol A45® (3 % en peso) se hizo y se aplicó sobre la fibra. La fibra multifilamento sin acabado Twaron® con una densidad lineal de 1716 dtex y un recuento de filamentos 1000 (de un único lote de PPTA del 19,45 % y un contenido de humedad final del 6 % directamente después de la hilatura) se trató en línea con acabado Lurol A45® a un nivel de dosificación de 0,2-0,4 y Lurol A45® al 0,6 % en peso y una velocidad de hilatura de 400 m/min usando un aplicador de incisión. La muestra de referencia se terminó
10 posteriormente en las mismas condiciones de hilatura con acabado Leomin OR® (que consistía en ésteres de poliglicol de ácidos grasos, ex Clariant) al 0,8 % en peso. La resistencia a la rotura del bucle se midió a un nivel de torsión (Z80) y 150 °C (resultados dados en la Tabla 7).

Tabla 7. Resistencia a la rotura de bucle (LBS)

| Torsión Z80, Twaron® 1716 dtex/f1000 | Leomin OR® 0,8 % en peso (técnica anterior) | Lurol A45® valor medio del 0,2, 0,4, y del 0,6 % en peso (invención) | Aumento de la tenacidad (%) |
|---|--|--|-----------------------------|
| LBS (N) a 150 °C | 209 | 233 | 11 |

15 En la Tabla 8, los resultados de fibrilación se han dado con el índice de fibrilación (FI). El ensayo de pasador de fricción se ha ejecutado con fibra Twaron® sin retorcer.

Tabla 8. Resultado de la prueba de pasador de fricción (índice de fibrilación)

| Twaron® 1716 dtex/f1000 | Leomin OR® 0,8 % en peso (técnica anterior) | Lurol A45® valor medio del 0,2, 0,4, y del 0,6 % en peso (invención) | Descenso de fibrilación (%) |
|----------------------------|--|--|-----------------------------|
| FI | 244 | 9 | 96 |

La Tabla 9 muestra la cohesión filamentaria de la fibra sin retorcer con Lurol A45® y Leomin OR®.

20 Tabla 9. Resultados de cohesión filamentaria (resultados de la prueba de corte)

| Acabado | % en peso | Longitud (vertical) | | Anchura (horizontal) | |
|------------|-----------|---------------------|-----------|----------------------|-----------|
| | | promedio | extensión | promedio | extensión |
| | | cm | cm | cm | cm |
| Lurol A45® | 0,2 | 34,7 | 5,0 | 1,2 | 0,8 |
| Leomin OR® | 0,8 | 7,8 | 1,0 | 0,5 | 0,2 |

Ejemplo 4

25 Una solución madre de acabado de Lakeland LDP80® (2 % en peso) se hizo y se aplicó sobre la fibra. La fibra multifilamento sin acabado Twaron® con una densidad lineal de 1716 dtex y un recuento de filamentos 1000 (de un único lote de PPTA del 19,45 % y un contenido de humedad final del 6 % directamente después de la hilatura) se trató en línea con acabado Lakeland LDP80® a un nivel de dosificación de 0,2 y 0,4 % en peso (en base a LDP80) y una velocidad de hilatura de 400 m/min usando un aplicador de incisión. La muestra de referencia se terminó
30 posteriormente en las mismas condiciones de hilatura con acabado Leomin OR® (que consistía en ésteres de poliglicol de ácidos grasos, ex Clariant) al 0,8 % en peso. La resistencia a la rotura del bucle se midió a un nivel de torsión (Z80) y 150 °C y se indicó en la Tabla 10.

Tabla 10. Resistencia a la rotura de bucle (LBS) a 150 °C

| | | | |
|--------------------------------------|---|--|-----------------------------|
| Torsión Z80, Twaron® 1716 dtex/f1000 | Leomin OR® 0,8 % en peso (técnica anterior) | Lakeland LDP80® valor medio de 0,2 y 0,4 % en peso (invención) | Aumento de la tenacidad (%) |
| LBS (N) a 150 °C | 209 | 230 | 10 |

En la Tabla 11, los resultados de fibrilación se han dado con el índice de fibrilación (FI). El ensayo de pasador de fricción se ha ejecutado con fibra Twaron® sin retorcer.

5 Tabla 11. Resultado de la prueba de pasador de fricción (índice de fibrilación)

| | | | |
|-------------------------|---|--|-----------------------------|
| Twaron® 1716 dtex/f1000 | Leomin OR® 0,8 % en peso (técnica anterior) | Lakeland LDP80® valor medio de 0,2 y 0,4 % en peso (invención) | Descenso de fibrilación (%) |
| FI | 244 | 35 | 86 |

La Tabla 12 muestra la cohesión filamentaria de la fibra sin retorcer con Lakeland LDP80 y Leomin OR®.

Tabla 12. Resultados de cohesión filamentaria (resultados de la prueba de corte)

| Acabado | % en peso | Longitud (vertical) | | Anchura (horizontal) | |
|-----------------|-----------|---------------------|-----------|----------------------|-----------|
| | | promedio | extensión | promedio | extensión |
| | | cm | cm | cm | cm |
| Lakeland LDP80® | 0,2 | 20,0 | 11,3 | 0,9 | 0,5 |
| Leomin OR® | 0,8 | 7,8 | 1,0 | 0,5 | 0,2 |

10 **Ejemplo 5**

Una solución madre de acabado de Lakeland LDP161® (2 % en peso) se hizo y se aplicó sobre la fibra. La fibra multifilamento sin acabado Twaron® con una densidad lineal de 1716 dtex y un recuento de filamentos 1000 (de un único lote de PPTA del 19,45 % y un contenido de humedad final del 6 % directamente después de la hilatura) se trató en línea con acabado Lakeland LDP161® a un nivel de dosificación de 0,2 y 0,4 % en peso (en base a LDP161) y una velocidad de hilatura de 400 m/min usando un aplicador de incisión. La muestra de referencia se terminó posteriormente exactamente en las mismas condiciones de hilatura con acabado Leomin OR® (que consistía en ésteres de poliglicol de ácidos grasos, ex Clariant). La resistencia a la rotura del bucle se midió a un nivel de torsión (Z80) y 150 °C y se indicó en la Tabla 13.

Tabla 13. Resistencia a la rotura de bucle (LBS)

| | | | |
|--------------------------------------|---|---|-----------------------------|
| Torsión Z80, Twaron® 1716 dtex/f1000 | Leomin OR® 0,8 % en peso (técnica anterior) | Lakeland LDP161® valor medio de 0,2 y 0,4 % en peso (invención) | Aumento de la tenacidad (%) |
| LBS (N) a 150 °C | 209 | 242 | 16 |

20 En la Tabla 14, los resultados de fibrilación se han indicado con el índice de fibrilación (FI). El ensayo de pasador de fricción se ha ejecutado con fibra Twaron® sin retorcer.

Tabla 14. Resultado de la prueba de pasador de fricción (índice de fibrilación)

| | | | |
|-------------------------|---|---|-----------------------------|
| Twaron® 1716 dtex/f1000 | Leomin OR® 0,8 % en peso (técnica anterior) | Lakeland LDP161® valor medio de 0,2 y 0,4 % en peso (invención) | Descenso de fibrilación (%) |
| FI | 244 | 21 | 91 |

25 La Tabla 15 muestra la cohesión filamentaria de la fibra sin retorcer con Lakeland LDP161® y Leomin OR®.

Tabla 15. Resultados de cohesión filamentaria (resultados de la prueba de corte)

| Acabado | % en peso | Longitud (vertical) | | Anchura (horizontal) | |
|------------------|-----------|---------------------|-----------|----------------------|-----------|
| | | promedio | extensión | promedio | extensión |
| | | cm | cm | cm | cm |
| Lakeland LDP161® | 0,2 | 11,3 | 2,5 | 1,1 | 0,6 |
| Leomin OR® | 0,8 | 7,8 | 1,0 | 0,5 | 0,2 |

Ejemplo 6

5 Una solución madre de acabado basada en Stantex ARA® (10 % en peso) se preparó diluyendo Stantex ARA® (56 % en peso; ex Pulcra) en una solución al 10 % en agua desmineralizada caliente (40 °C). Para obtener la solución de acabado de hilatura final (2,8 % en peso), la solución madre Stantex ARA® se diluyó adicionalmente en agua desmineralizada caliente (40 °C) y se agitó durante 15 minutos, después de lo cual estuvo lista para aplicarse sobre la fibra. Se produjo una fibra multifilamento Twaron® D2200 de alto módulo 1610 dtex y un recuento de filamentos 1000 en una única prueba de hilatura y se trató en línea con acabado Stantex ARA® a un nivel de dosificación de 0,30 y 0,4 % en peso usando un aplicador de incisión. La muestra de referencia se terminó posteriormente en las mismas condiciones de hilatura con acabado Breox 50A50® (que consistía en butanol etoxilado y propilado aleatorio, ex Ilco-Chemie, BASF) al 0,80 % en peso. La fibrilación se midió de acuerdo con el ensayo de pasador de fricción que se ha descrito anteriormente. En la Tabla 16, los resultados de fibrilación se han indicado para acabado Stantex ARA® al 0,3 % en peso con el índice de fibrilación (FI). El ensayo de pasador de fricción se ha ejecutado con fibra Twaron® sin retorcer.

Tabla 16 Resultado del ensayo de pasador de fricción (índice de fibrilación)

| Twaron® 161 Odtex/f1000 | Breox 50A50 ® 0,8 % en peso (técnica anterior) | Stantex ARA® 0,3 % en peso (invención) | Descenso relativo (%) |
|-------------------------|--|--|-----------------------|
| FI | 95 | 4 | 96 |

En la Tabla 17, los resultados de fibrilación se han indicado para acabado Stantex ARA® al 0,4 % en peso con el índice de fibrilación (FI). El ensayo de pasador de fricción se ha ejecutado con fibra Twaron® sin retorcer.

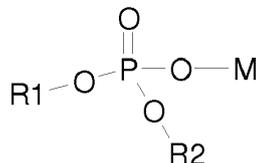
20

Tabla 17 Resultado del ensayo de pasador de fricción (índice de fibrilación)

| Twaron® 1610dtex/f1000 | Breox 50A50 ® 0,8 % en peso (técnica anterior) | Stantex ARA® 0,4 % en peso (invención) | Descenso relativo (%) |
|------------------------|--|--|-----------------------|
| FI | 95 | 4 | 96 |

REIVINDICACIONES

1. Un refuerzo textil que comprende fibra de aramida, cuya fibra es fibra continua y está dotada de un acabado que comprende éster de mono o dialquil fosfato o una mezcla de los mismos, cuyo acabado está libre de compuestos con grupos alcoxi; y en el que el éster de mono o dialquil fosfato tiene la fórmula:



5 en la que R1 es alquilo C₁-C₁₅ de cadena ramificada o lineal, R2 es H, Li, Na, K o NH₄, o alquilo C₁-C₁₅ de cadena ramificada o lineal, y M es Li, Na, K o NH₄.

2. Refuerzo textil de acuerdo con la reivindicación 1, que es un refuerzo textil tejido de punto, trenzado o hilado.

10 3. Refuerzo textil de acuerdo con la reivindicación 1, que es un refuerzo textil en espiral, en hebras o lineal.

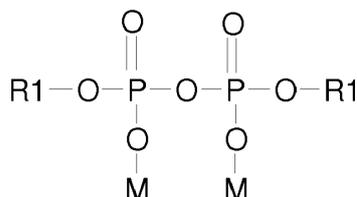
4. Refuerzo textil de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que R1 es alquilo C₄-C₁₂ de cadena ramificada o lineal y R2 es H, Li, Na, K o NH₄ o alquilo C₄-C₁₂ de cadena ramificada o lineal.

15 5. Refuerzo textil de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que R1 selecciona entre alquilo C₄, C₆, C₈, C₁₀ o C₁₂ y R2 se selecciona entre H, Li, Na, K, NH₄, alquilo C₄, alquilo C₆, alquilo C₈, alquilo C₁₀ y alquilo C₁₂.

6. Refuerzo textil de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los grupos alquilo son grupos alquilo de cadena lineal.

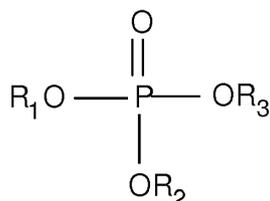
20 7. Refuerzo textil de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que M es K.

8. Refuerzo textil de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el acabado comprende adicionalmente hasta 30 % en peso de éster de pirofosfato de dialquilo de la fórmula:



en la que R1 y M tienen los mismos significados que en la reivindicación 1.

25 9. Refuerzo textil de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el acabado comprende adicionalmente hasta el 20 % en peso de éster de fosfato de trialquilo de la fórmula:



en la que R₁, R₂ y R₃ son independientemente grupos alquilo C₁-C₁₅ de cadena ramificada o lineal.

30 10. Refuerzo textil de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la aramida es poli(p-fenilentereftalamida) o poli(p-fenilentereftalamida) que contiene unidades de 3,4'-diaminodifeniléter o 5(6)-amino-2-(p-aminofenil)bencimidazol.

11. Manguera, tubo o tubería flexible que comprende el refuerzo textil de una cualquiera de las reivindicaciones 1-10.

12. Cable de fibra óptica que comprende el refuerzo textil de una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 10.

13. Cable eléctrico que comprende el refuerzo textil de una cualquiera de las reivindicaciones 1-10.
 14. Plástico o material compuesto reforzado con fibra que comprende el refuerzo textil de cualquiera de las reivindicaciones 1-10.
 15. Artículo con resistencia balística que comprende el refuerzo textil de cualquiera de las reivindicaciones 1-10.
- 5

Fig. 1

