

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 717 884**

51 Int. Cl.:

D06M 15/53 (2006.01)

C08G 18/48 (2006.01)

D06M 101/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.01.2011 PCT/JP2011/050069**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.07.2011 WO11089929**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.01.2011 E 11734536 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2019 EP 2530199**

54 Título: **Haces de fibras de carbono**

30 Prioridad:

20.01.2010 JP 2010009757
20.01.2010 JP 2010009756
20.01.2010 JP 2010009755

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
26.06.2019

73 Titular/es:

TORAY INDUSTRIES, INC. (100.0%)
1-1, Nihonbashi-Muromachi 2-chome, Chuo-ku
Tokyo 103-8666, JP

72 Inventor/es:

HIRANO, NORIYUKI;
TSUCHIYA, ATSUKI y
HONMA, MASATO

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 717 884 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

Haces de fibras de carbono

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un haz de fibras de carbono que tiene capacidad de procesamiento en fibra cortada, una propiedad de convergencia adecuada para el manejo de la fibra cortada, y dispersabilidad adecuada para procedimientos mediados por agua representados por un procedimiento de fabricación de papel.

Técnica anterior

10 Un material compuesto reforzado con fibra de carbono, que es un material compuesto de fibras de carbono y una resina de matriz, se ha usado en una amplia gama de campos incluyendo automóviles, aviones, equipos eléctricos y electrónicos, instrumentos ópticos, equipos deportivos y materiales de construcción, debido a que tiene excelentes ligereza, propiedad mecánica, conductividad, estabilidad dimensional y similares.

15 Se conoce un número de métodos para formar un material compuesto de fibra de carbono y ejemplos del método para obtener un sustrato usado en la formación incluyen un método que implica procesar fibras de carbono usando un procedimiento acuoso representado por un procedimiento de fabricación de papel en húmedo. Por ejemplo, las fibras cortadas se procesan en papel o una tela no tejida al dispersarlas en un medio acuoso y a continuación se obtiene un sustrato de material compuesto usando diversas resinas como un material de base. Por ejemplo, se produce un sustrato de electrodo para una pila de combustible mediante este procedimiento de fabricación de papel.

20 En un procedimiento de fabricación de papel en húmedo, se fabrica papel al dispersar fibras cortadas en un medio de dispersión acuoso. Para mejorar la calidad del papel que se va a obtener, se requieren propiedad de convergencia y dispersabilidad en el medio acuoso de las fibras de carbono. La propiedad de convergencia es importante para la igualación de la longitud de las fibras al cortar y la capacidad de trabajo en la alimentación de una fibra cortada. La dispersabilidad es una propiedad para haces de fibras que se van a dispersar a nivel de una sola fibra e influye directamente en la calidad del papel. Cuanto mejores son la propiedad de convergencia y la dispersabilidad de los haces de fibras de carbono, más mejoran la propiedad mecánica y las propiedades de conductividad eléctrica del material compuesto reforzado con fibra de carbono.

25 A partir de estos antecedentes, en el haz de fibras de carbono usado en un procedimiento acuoso, una resina particular se deposita generalmente como un agente de apresto para mejorar la propiedad de convergencia y la dispersabilidad.

Documentos de la técnica anterior

Documentos de patente

30 El Documento de patente 1 divulga una fibra de carbono para un procedimiento acuoso en el que se deposita un agente de apresto compuesto principalmente por un agente tensioactivo. El Documento de patente 2 divulga una fibra de carbono para fabricar papel en la que un compuesto hidrófilo que comprende polioxialquileño y un hidrocarburo alifático se deposita como un agente de apresto. Además, el Documento de patente 3 divulga una fibra de carbono sobre la que se deposita un agente de apresto que comprende un agente tensioactivo que tiene un valor del HLB (equilibrio hidrófilo-lipófilo) de 9 a 17 y una resina termoplástica hidrosoluble de tipo poli(alcohol vinílico).

35 Las resinas de uretano se usan a menudo como un agente de apresto para fibras debido a que tienen excelentes elasticidad, tenacidad, adherencia y similares. Por ejemplo, el Documento de patente 4 divulga un haz de fibras de carbono que usa una resina de polieterpoliuretano o una resina de poliesterpoliuretano como un agente de apresto.

40 El Documento de patente 5 divulga una hebra cortada de fibra de carbono que usa una mezcla de poliuretano aromático y poliuretano no aromático como un agente de apresto y tiene excelentes capacidad de manejo, propiedades mecánicas de un material compuesto y conductividad.

45 Además, un haz de fibras de carbono en el que se deposita un agente de apresto que tiene un parámetro de solubilidad (valor del PS) sobre fibras de carbono se divulga en el Documento de patente 6. El uso de un agente de apresto que tenga un valor del PS en un intervalo particular ha mejorado la adherencia a una resina que contiene caucho. El Documento de patente 7 (reivindicaciones; párrafos [0016] y [0023]; ejemplos 1, 2 y 4) divulga un haz de fibras de carbono que tiene fibras de carbono y un agente de apresto, e indica que el susodicho agente de apresto es una resina de poliuretano hidrosoluble y está adsorbido sobre las fibras de carbono en un grado de 1,2% en peso.

50 El Documento de patente 8 se refiere a un agente de apresto para fibras de carbono y a las fibras de carbono tratadas con este agente. En particular, se refiere a una dispersión acuosa de resina epoxídica estable y homogénea y a fibras de carbono tratadas con esta dispersión y que tienen una alta flexibilidad y excelentes moldeabilidad y propiedades físicas (col.1, 1.6-14). En los ejemplos 1-20, una composición de agente de apresto que comprende un compuesto de uretano, preparada a partir de un copolímero de bloques de PO/EO (Mn 8000) y TDI.

Documento de patente 1: WO 2006/019139

Documento de patente 2: JP 2006-219808 A

Documento de patente 3: JP 2000-54269 A

Documento de patente 4: JP 2007-231441 A

Documento de patente 5: JP 2003-165849 A

5 Documento de patente 6: JP 2003-247127 A

Documento de patente 7: JP 2006 144168

Documento de patente 8: US 5 298 576 A

Compendio de la invención

Problemas a resolver por la invención

10 Sin embargo, no es fácil alcanzar simultáneamente una propiedad de convergencia y dispersabilidad mediante las técnicas de los Documentos de patente 1 a 3 y, particularmente, cuando la concentración de fibras de carbono en un medio acuoso de dispersión se incrementa para obtener papel que tiene un alto gramaje, ha existido el problema de que la propiedad mecánica del producto formado no se puede ejercer totalmente a causa de un sustrato degradado debido a dispersabilidad insuficiente de las fibras o reagregación.

15 En el haz de fibras del Documento de patente 4, la adherencia a una resina termoplástica se ha mejorado mediante la deposición de una resina de poliésterpoliuretano que tiene una elongación después de la fractura de no más de 400%, pero no se divulga o sugiere que el haz de fibras del Documento de patente 4 exhiba excelentes propiedades en un procedimiento acuoso.

20 Además, no se divulga o sugiere que la hebra cortada de fibra de carbono del Documento de patente 5 exhiba excelentes propiedades en un procedimiento acuoso.

Además, no se divulga o sugiere que el haz de fibras de carbono provisto de un agente de apresto del Documento de patente 6 exhiba excelentes propiedades en un procedimiento acuoso.

25 Según se describe anteriormente, existe una necesidad de un haz de fibras de carbono que tenga un equilibrio entre propiedad de convergencia y dispersabilidad en un medio de dispersión acuoso. Un material compuesto reforzado con fibra de carbono tiene una mecánica y una conductividad aún mejores con una cantidad creciente de fibras de carbono y por lo tanto se puede obtener un sustrato aún mejor si el material compuesto reforzado con fibra de carbono se puede procesar a una alta concentración de fibras de carbono. Además, también es importante la capacidad de manejo durante la producción, y el procesamiento de un haz de fibras y el arrollamiento alrededor de una bobina y la capacidad de trabajo durante el procesamiento son las propiedades que siempre requiere un haz de fibras.

30 Un objetivo de la presente invención es proporcionar un haz de fibras de carbono que tenga buena capacidad de manejo durante la producción y el procesamiento del haz de fibras, una excelente propiedad de convergencia y una excelente dispersabilidad en un medio de dispersión acuoso incluso a una alta concentración.

Medios para resolver los problemas

35 Los presentes inventores estudiaron intensivamente a fin de alcanzar el objetivo anterior para descubrir el siguiente haz de fibras de carbono que es capaz de resolver los problemas descritos anteriormente. La presente invención tiene dos aspectos mostrados posteriormente.

El primer aspecto es un haz de fibras de carbono que tiene fibras de carbono y un agente de apresto, en donde el agente de apresto comprende una resina de poliuretano hidrosoluble que tiene un valor del PS de 11,2 a 13,3, y el agente de apresto está depositado sobre las fibras de carbono en un grado de 0,5 a 7% en masa.

40 El segundo aspecto es un haz de fibras de carbono que tiene fibras de carbono y un agente de apresto, en donde el agente de apresto comprende una resina de poliuretano compuesta por el componente mostrado en (A) y el componente mostrado en (B1) o (B2) posteriormente, y el agente de apresto está depositado sobre las fibras de carbono en un grado de 0,5 a 7% en masa:

(A) de 73 a 98% en masa de una unidad de polioxialquileno;

45 (B1) de 0,5 a 15% en masa de una unidad de éster aromático, de 1,5 a 10% en masa de una unidad de uretano aromático; y

(B2) de 0,5 a 10% en masa de una unidad de éster aromático, de 1,5 a 11% en masa de una unidad de uretano alifático.

En el haz de fibras de carbono de la presente invención, la resina de poliuretano descrita anteriormente está compuesta preferiblemente por de 85 a 97% en masa de una unidad de polioxialquileno, de 0,8 a 9% en masa de una unidad de éster aromático y de 2,3 a 6,5% en masa de una unidad de uretano aromático.

5 En el agente de apresto que comprende una resina de poliuretano que se usa en el haz de fibras de carbono de la presente invención, la resina de poliuretano está compuesta preferiblemente por de 89 a 94% en masa de una unidad de polioxialquileno, de 3 a 6% en masa de una unidad de éster aromático y de 3 a 5% en masa de una unidad de uretano aromático.

En el agente de apresto que comprende una resina de poliuretano que se usa en el haz de fibras de carbono de la presente invención, la unidad de uretano aromático comprende preferiblemente diisocianato de tolieno.

10 En el agente de apresto que comprende una resina de poliuretano que se usa en el haz de fibras de carbono de la presente invención, la pérdida térmica de peso después de 15 minutos a 230°C preferiblemente no es mayor de 30%.

15 En el agente de apresto que comprende una resina de poliuretano que se usa en el haz de fibras de carbono de la presente invención, la resina de poliuretano está compuesta preferiblemente por de 78 a 98% en masa de una unidad de polioxialquileno, de 2,5 a 9% en masa de una unidad de éster aromático y de 4,5 a 8,5% en masa de una unidad de uretano alifático.

En el agente de apresto que comprende una resina de poliuretano que se usa en el haz de fibras de carbono de la presente invención, la resina de poliuretano está compuesta preferiblemente por de 83 a 97% en masa de una unidad de polioxialquileno, de 3 a 6% en masa de una unidad de éster aromático y de 4,5 a 6,5% en masa de una unidad de uretano alifático.

20 En el agente de apresto que comprende una resina de poliuretano que se usa en el haz de fibras de carbono de la presente invención, la unidad de uretano alifático descrita anteriormente comprende preferiblemente diisocianato de isoforona.

En el haz de fibras de carbono de la presente invención, la unidad de polioxialquileno descrita anteriormente comprende preferiblemente un polialquilenglicol que tiene un peso molecular medio en peso de 4.000 a 21.000.

25 En el agente de apresto que comprende una resina de poliuretano que se usa en el haz de fibras de carbono de la presente invención, la unidad de polioxialquileno descrita anteriormente comprende preferiblemente polietilenglicol.

En el agente de apresto que comprende una resina de poliuretano que se usa en el haz de fibras de carbono de la presente invención, la unidad de éster aromático descrita anteriormente comprende preferiblemente tereftalato de bis(2-hidroxietilo) o isoftalato de bis(2-hidroxietilo).

30 El haz de fibras de carbono de la presente invención tiene preferiblemente un valor de drapeado de 2 a 20 cm.

En el haz de fibras de carbono de la presente invención, el haz de fibras de carbono comprende preferiblemente de 1.000 a 60.000 fibras individuales.

En el haz de fibras de carbono de la presente invención, el haz de fibras de carbono es preferiblemente una fibra cortada que tiene una longitud de fibra de 1 a 20 mm.

35 Efectos de la invención

El haz de fibras de carbono de la presente invención tiene excelente capacidad de manejo durante la producción y el procesamiento del haz de fibras y tiene además un equilibrio entre la propiedad de convergencia y la dispersabilidad de las fibras en un medio de dispersión acuoso, e incluso cuando se incrementa la concentración de fibras de carbono, el haz de fibras de carbono de la presente invención alcanza una dispersión uniforme a nivel de fibras individuales y proporciona un sustrato para papel que tiene excelentes propiedad mecánica y conductividad.

40

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es una vista esquemática que ilustra un método para medir el valor de drapeado de un haz de fibras de carbono.

Mejor modo para llevar a cabo la invención

45 En primer lugar, se describirán los constituyentes del haz de fibras de carbono de la presente invención.

[Fibra de carbono]

Como una fibra de carbono, se puede usar una fibra de carbono basada en PAN, basada en brea, basada en rayón, y similares, y se prefiere una fibra de carbono basada en PAN desde el punto de vista del equilibrio entre la resistencia y el modulo de un producto formado que se vaya a obtener. Estas están disponibles como un producto comercial. Para

potenciar la deposición de un agente de apresto para formar una película uniforme, la fibra de carbono se puede someter a un tratamiento superficial. Ejemplos del tratamiento superficial incluyen oxidación química y oxidación electrolítica en fase líquida y oxidación en fase gaseosa, y se prefiere la oxidación electrolítica en la que las fibras de carbono se oxidan en una solución electrolítica acuosa como un ánodo debido a que es cómodo y disminuye la reducción de la resistencia. Ejemplos de soluciones de tratamiento electrolítico incluyen, pero no se limitan a, ácidos inorgánicos tales como ácido sulfúrico y ácido nítrico, bases inorgánicas tales como hidróxido potásico e hidróxido sódico y sales inorgánicas tales como sulfato amónico, carbonato amónico y carbonato sódico.

Un haz de fibras de carbono se refiere a una forma convergida de fibras individuales (filamentos) de fibras de carbono, y el número de filamentos es generalmente de aproximadamente 1.000 a 60.000, preferiblemente de 3.000 a 40.000 desde el punto de vista de la capacidad de manejo y la dispersabilidad de las fibras de carbono, y más preferiblemente de 6.000 a 24.000.

El diámetro de las fibras (filamentos) de carbono que constituyen el haz de fibras de carbono es preferiblemente de 3 a 15 μm y más preferiblemente de 5 a 10 μm .

El haz de fibras de carbono de la presente invención puede contener una pequeña cantidad de otros tipos de fibras con la condición de que no se impida el objetivo de la invención. Ejemplos de otros tipos de fibras incluyen, por ejemplo, fibras de alta resistencia y alto módulo tales como fibras de carbono, fibras de vidrio, fibras de aramida, fibras de alúmina, fibras de carburo de silicio, fibras de boro y fibras metálicas, una o más de las cuales pueden estar contenidas.

[Agente de apresto]

En el primer aspecto de la presente invención, el agente de apresto comprende una resina de poliuretano hidrosoluble y la resina de poliuretano hidrosoluble está compuesta por unidades de polioliol y unidades de uretano. La resina de poliuretano hidrosoluble se puede obtener al condensar diisocianatos con polioles; los polioles constituyen la unidad de polioliol y los diisocianatos constituyen la unidad de uretano. Desde el punto de vista de alcanzar hidrosolubilidad, el polialquilenglicol necesita estar contenido como un polioliol. Además, como un polioliol, además de polialquilenglicol, se pueden usar en combinación uno o más seleccionados de polioliol de poliéster, polioliol de policaprolactona y polioliol de policarbonato. La condensación de diisocianatos con polioles es una reacción de poliadición (polimerización por adición) y no se efectúa mediante generación y separación de moléculas pequeñas, y por lo tanto la relación en masa de las unidades de polioliol y las unidades de uretano que constituyen el agente de apresto de la presente invención refleja la relación en masa de los materiales que constituyen cada unidad. En otras palabras, el % en masa de cada unidad en la presente invención es el % en masa de cada material basado en la masa total de los materiales polioles y diisocianatos. El % en masa de los polioles es preferiblemente de 94 a 99,2% en masa.

El polialquilenglicol que se puede usar en el primer aspecto de la presente invención necesita ser hidrófilo a fin de que el haz de fibras de carbono exhiba alta dispersabilidad en un medio de dispersión acuoso, ejemplos del cual incluyen, por ejemplo, polietilenglicol (PEG), polipropilenglicol (PPG), copolímero de bloques de PEG/PPG y copolímero aleatorio de PEG/PPG. Entre ellos, se prefiere el polietilenglicol. En particular, desde el punto de vista del equilibrio de la capacidad de manejo, la propiedad de convergencia y la dispersabilidad en un medio de dispersión acuoso del haz de fibras de carbono, el peso molecular medio en peso del polialquilenglicol es preferiblemente de 4.000 a 21.000. El componente de polialquilenglicol cambia en la hidrofilia y la flexibilidad de una película dependiendo del peso molecular. Cuando el peso molecular está en un intervalo apropiado, se puede obtener un agente de apresto que tiene una propiedad de convergencia y capacidad de manejo aún mejores mientras que exhibe alta dispersabilidad.

El componente de polialquilenglicol también se puede usar como una mezcla de varios tipos de componentes de polialquilenglicol que tienen diferentes pesos moleculares medios en peso. El peso molecular medio en peso del polialquilenglicol en este caso se puede determinar mediante la ecuación posterior.

[Fórmula matemática 1]

$$M_w = \frac{W_1}{\sum W_n} M_{w_1} + \frac{W_2}{\sum W_n} M_{w_2} + \dots + \frac{W_n}{\sum W_n} M_{w_n}$$

En la ecuación, M_w representa el peso molecular medio en peso y W representa el % en masa del componente de polialquilenglicol.

Además, como un componente de polioliol, además del polialquilenglicol, se pueden usar en combinación uno o más seleccionado de polioliol de poliéster, polioliol de policaprolactona y polioliol de policarbonato.

Un polioliol de poliéster se puede obtener mediante la reacción de deshidratación de glicoles y ácidos carboxílicos. Ejemplos de glicoles que se pueden usar en la reacción de deshidratación incluyen, por ejemplo, etilenglicol, propilenglicol, 1,4-butanodiol, neopentilglicol, dietilenglicol y 1,4-ciclohexanodiol. Ejemplos de componentes de ácido dicarboxílico incluyen, por ejemplo, ácido adípico, ácido succínico, ácido azelaico, ácido sebáico, ácido ftálico, ácido

tereftálico, ácido isoftálico, ácido difénico, ubidoácido, ácido 2-metilteftálico, ácido 4-metilftálico y ácido naftalenodicarboxílico.

5 El poliol de policaprolactona es un poliol que comprende ϵ -caprolactona y diversos alcoholes como un material. Por ejemplo, PolyLite OD-X-2155, OD-X-640, OD-X-2586 disponibles de DIC CORPORATION, PRAXEL 205, 210, 220, 303, 305 disponibles de Daicel Chemical Industries, Ltd. y similares están disponibles como un producto comercial.

El poliol de policarbonato es un poliol que tiene una estructura de carbonato en la cadena molecular. Por ejemplo, PRAXEL CD205, CD210, CD220 disponibles de Daicel Chemical Industries, Ltd. y similares están disponibles como un producto comercial.

10 Además, pueden estar contenidos otros compuestos que tienen grupos hidroxilo distintos del agua con la condición de que la capacidad de manejo, la propiedad de convergencia y la dispersabilidad del agente de apresto no se deterioren. Ejemplos de estos compuestos incluyen, por ejemplo, etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, glicerina, pentaeritritol, trimetilolpropano, sorbitol, catecol, bisfenol A y similares.

15 Ejemplos del diisocianato que se pueden usar en el primer aspecto de la presente invención incluyen diisocianato de fenilo, diisocianato de metilendifenileno, diisocianato de tolieno, diisocianato de xilileno, diisocianato de hexametileno, diisocianato de isoforona, diisocianato de naftaleno, diisocianato ácido dímero, diisocianato de norborneno, diisocianato de dicitlohexilmetano y similares. Desde el punto de vista de la flexibilidad y la tenacidad de una película, se prefiere el diisocianato de tolieno o el diisocianato de isoforona.

20 Según se describe anteriormente, en la presente invención, la unidad de uretano que constituye la resina de poliuretano usada en el agente de apresto está compuesta preferiblemente por diisocianato de tolieno o diisocianato de isoforona, y "comprende diisocianato de tolieno o diisocianato de isoforona" descrito en la presente significa que la cantidad del componente de diisocianato es 90% en masa o más de los componentes de diisocianato totales.

25 El agente de apresto usado en el segundo aspecto de la presente invención se puede obtener al condensar diisocianatos con polialquilenglicoles y polioles que contienen éster aromático. Los polioles que contienen éster aromático son los que se obtienen mediante una reacción de deshidratación de componentes de glicol y componentes de ácido dicarboxílico aromático. Como resultado de la condensación de diisocianatos con polialquilenglicoles y polioles que contienen éster aromático, los diisocianatos constituyen la unidad de uretano, los polialquilenglicoles la unidad de polioxialquileo y los polioles que tienen éster aromático la unidad de éster aromático.

30 La condensación de isocianatos con alcoholes es una reacción de poliadición (polimerización por adición) y no está acompañada por la generación y la separación de moléculas pequeñas, y por lo tanto la relación en masa de las unidades de polioxialquileo, las unidades de éster aromático y las unidades de uretano que constituyen el agente de apresto de la presente invención refleja la relación en masa de los materiales que constituyen cada unidad. En otras palabras, el % en masa de cada unidad en la presente invención es el % en masa de cada material basándose en la masa total de los tres materiales descritos anteriormente.

35 De forma similar al polialquilenglicol descrito anteriormente que se puede usar en el primer aspecto de la presente invención, el polialquilenglicol que se puede usar en el segundo aspecto de la presente invención necesita ser hidrófilo a fin de que el haz de fibras de carbono exhiba alta dispersabilidad en un medio de dispersión acuoso, ejemplos del cual incluyen, por ejemplo, polietilenglicol (PEG), polipropilenglicol (PPG), copolímero de bloques de PEG/PPG y copolímero aleatorio de PEG/PPG. Entre ellos, se prefiere el polietilenglicol.

40 Además, otros compuestos que tienen grupos hidroxilo distintos del agua pueden estar contenidos con la condición de que la capacidad de manejo, la propiedad de convergencia y la dispersabilidad del agente de apresto no se deterioren. Ejemplos de estos compuestos incluyen, por ejemplo, etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, glicerina, pentaeritritol, trimetilolpropano, sorbitol, catecol, bisfenol A y similares.

45 Según se menciona anteriormente, en la presente invención, la unidad de polioxialquileo que constituye la resina de poliuretano usada en el agente de apresto está compuesta preferiblemente por polietilenglicol, y "comprende polietilenglicol" descrito en la presente significa que la cantidad del polietilenglicol es 90% en masa o más de los componentes de alquilenglicol totales.

50 Desde el punto de vista del equilibrio de la capacidad de manejo, la propiedad de convergencia y la dispersabilidad en un medio de dispersión acuoso del haz de fibras de carbono, el peso molecular medio en peso del polialquilenglicol es preferiblemente de 4.000 a 21.000. El componente de polialquilenglicol cambia en hidrofilia y flexibilidad de una película dependiendo del peso molecular. Cuando el peso molecular está en un intervalo apropiado, se puede obtener un agente de apresto que tiene propiedad de convergencia y capacidad de manejo mejores aún, mientras que exhiben alta dispersabilidad.

55 El componente de polialquilenglicol también se puede usar como una mezcla de varios tipos de componentes de polialquilenglicol que tienen diferentes pesos moleculares medios en peso. El peso molecular medio en peso del polialquilenglicol en este caso se puede determinar mediante la ecuación mencionada anteriormente.

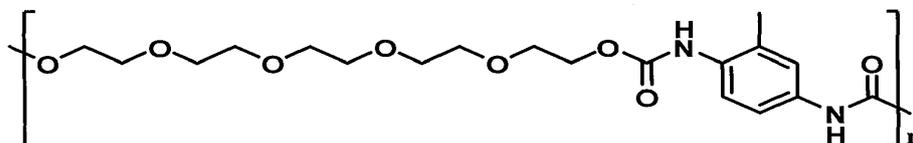
- Los polioles que contienen éster aromático se pueden obtener mediante reacciones de deshidratación de glicoles y ácidos carboxílicos aromáticos. Ejemplos de glicoles que se pueden usar en una reacción de deshidratación incluyen, por ejemplo, etilenglicol, propilenglicol, 1,4-butanodiol, neopentilglicol, dietilenglicol y 1,4-ciclohexanodiol. Ejemplos de componentes de ácido dicarboxílico aromático incluyen, por ejemplo, ácido ftálico, ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido difénico, ubidoácido, ácido 2-metiltereftálico, ácido 4-metilftálico y ácido naftalenodicarboxílico. El etilenglicol se prefiere como un componente de glicol y el ácido tereftálico o el ácido isoftálico se prefiere como un componente de ácido dicarboxílico aromático debido a que se puede obtener un agente de apresto que tenga un excelente equilibrio entre la propiedad de convergencia y la dispersabilidad. Por lo tanto, como un poliol que contiene éster aromático, se prefiere un condensado del mismo, tereftalato de bis(2-hidroxiethyl) o isoftalato de bis(2-hidroxiethyl).
- Además, pueden estar contenidos otros glicoles, ácidos carboxílicos aromáticos y reaccionantes de deshidratación de los mismos con la condición de que la capacidad de manejo, la propiedad de convergencia y la dispersabilidad del agente de apresto no se deterioren. Ejemplos de estos compuestos incluyen, por ejemplo, los componentes de glicol y ácido carboxílico aromático descritos anteriormente que se pueden usar para obtener polioles que contienen éster aromático.
- Según se menciona anteriormente, la unidad de éster aromático que constituye la presente invención está compuesta preferiblemente por tereftalato de bis(2-hidroxiethyl) o isoftalato de bis(2-hidroxiethyl), y "comprende tereftalato de bis(2-hidroxiethyl) o isoftalato de bis(2-hidroxiethyl)" descrito en la presente significa que la cantidad del componente de éster aromático es 90% en masa o más de los componentes de éster aromático totales.
- El diisocianato que se puede usar en el segundo aspecto de la presente invención incluye diisocianatos aromáticos y diisocianatos alifáticos. Diisocianatos aromáticos significan diisocianatos que contienen un anillo aromático en la estructura y constituyen la unidad de uretano aromático como resultado de la condensación. Ejemplos de diisocianatos aromáticos incluyen diisocianato de fenilo, diisocianato de metilendifenileno, diisocianato de tolieno, diisocianato de xilileno y similares. Se prefiere el diisocianato de tolieno debido a que se puede obtener una película que tiene una flexibilidad y una tenacidad aún mejores.
- Según se describe anteriormente, en la presente invención, la unidad de uretano aromático que constituye la resina de poliuretano usada en el agente de apresto está compuesta preferiblemente por diisocianato de tolieno, y "comprende diisocianato de tolieno" descrito en la presente significa que la cantidad del diisocianato de tolieno es 90% en masa o más de los componentes de diisocianato aromático totales.
- En la presente invención, los diisocianatos alifáticos que constituyen la resina de poliuretano usados en el agente de apresto significan diisocianatos que tienen alquilo lineal o ramificado o cicloalquilo como el esqueleto principal. Ejemplos de los diisocianatos alifáticos incluyen diisocianato de hexametileno, diisocianato de isoforona, diisocianato de dicitlohexilmetano, diisocianato de trimetilhexametileno, diisocianato de xilileno hidrogenado, diisocianato de norborneno y similares. Desde el punto de vista de la flexibilidad y la tenacidad de una película, se prefiere el diisocianato de isoforona.
- Según se describe anteriormente, en la presente invención, la unidad de uretano alifático que constituye la resina de poliuretano usada en el agente de apresto está compuesta preferiblemente por diisocianato de isoforona, y "comprende diisocianato de isoforona" descrito en la presente significa que la cantidad del diisocianato de isoforona es 90% en masa o más de los componentes de diisocianato aromático totales.
- [Haz de fibras de carbono con agente de apresto depositado]
- En el primer aspecto de la presente invención, a fin de que el haz de fibras de carbono exhiba alta dispersabilidad en un medio de dispersión acuoso incluso a alta concentración, es importante que el agente de apresto sea hidrosoluble y tenga un valor del PS en el intervalo de 11,2 a 13,4. "Hidrosoluble" se refiere en la presente a "disolverse" en agua a nivel molecular, es decir, formando una fase líquida homogénea. Como un agente de apresto basado en poliuretano, según se describe, por ejemplo, en el Documento de patente 4, se usan ampliamente los obtenidos al dispersar una resina de poliuretano en agua. Específicamente, una resina de poliuretano se emulsiona mediante autoemulsiónamiento o con un agente tensioactivo. "Emulsiónamiento" se refiere en la presente a un fenómeno en el que uno de los dos líquidos insolubles entre sí está dispersado como partículas pequeñas en el otro líquido para formar una emulsión (Glossary of Technical Terms in Japanese Industrial Standards, 3ª Ed., Japanese Standards Association, p-1352). En otras palabras, el estado en el que una resina de poliuretano se "emulsiona" en agua y el estado en el que la resina de poliuretano se "disuelve" en agua son completamente diferentes.
- En el caso de un agente de apresto basado en poliuretano mediante emulsiónamiento en agua, puesto que el propio poliuretano tiene baja afinidad para el agua, el haz de fibras de carbono exhibe poca o ninguna dispersabilidad aunque se trate en un medio de dispersión acuoso después de formar una película sobre la superficie. Para exhibir buena dispersabilidad, es importante que el agente de apresto y el agua muestren compatibilidad, y es necesario usar un agente de apresto basado en poliuretano hidrosoluble.
- Por otra parte, en los casos en los que un agente de apresto que tiene alta hidrosolubilidad, tal como, por ejemplo, un agente tensioactivo, se deposite sobre una fibra de carbono, la calidad se degrada particularmente cuando se fabrica

papel con alto gramaje debido a que la disolución demasiado rápida del agente de apresto da como resultado una dispersabilidad deficiente o debido a que la pérdida rápida del agente de apresto desde la superficie de la fibra de carbono da como resultado reagregación. En otras palabras, para fabricar papel con un gramaje superior, es importante que la hidrosolubilidad de un agente de apresto esté apropiadamente controlada.

- 5 El valor del PS (parámetro de solubilidad), que se define como la raíz cuadrada del calor de vaporización por volumen, es un valor numérico usado como un índice de la solubilidad de dos componentes. Cuanto más pequeña sea la diferencia en los valores del PS entre los dos componentes, mayor es la solubilidad. En el haz de fibras de carbono de la presente invención, cuando el valor del PS de una resina de poliuretano hidrosoluble esté en el intervalo de 11,2 a 13,4, la hidrosolubilidad está apropiadamente controlada y se exhibe una alta dispersabilidad. El valor es preferiblemente de 12,3 a 13,3. Fuera de este intervalo, la hidrosolubilidad es deficiente o demasiado alta, con lo que la dispersabilidad disminuye.

En la presente invención, el valor del PS se calcula mediante el método de Fedors (Polymer Engineering and Science, vol. 14, Nº 2, p-147 (1974)). Por ejemplo, el valor del PS de la resina de poliuretano representada por la siguiente fórmula química se calcula como se describe posteriormente.

- 15 [Fórmula química 1]



- 20 En la resina de poliuretano representada por la fórmula química anterior, un grupo metilo (-CH₃), diez grupos metileno (-CH₂-), seis éteres (-O-), dos amidas (-CONH-) y un fenileno están contenidos en su unidad repetitiva. El calor molar de vaporización Δ_{ei} y el volumen molar Δ_{vi} de cada unidad se describen cada uno en la Tabla 1 según la referencia descrita anteriormente.

[Tabla 1]

Unidad	Calor molar de vaporización Δ _{ei}	Volumen molar Δ _{vi}	Número de unidades por unidad repetitiva	ΣΔ _{ei}	ΣΔ _{vi}
	(cal/mol)	(cm ³ /mol)		(cal/mol)	(cm ³ /mol)
CH ₃	1125	33,5	1	1125	33,5
CH ₂	1180	16,1	10	11800	161
O	800	3,8	6	4800	22,8
CONH	8000	9,5	2	16000	19
Fenileno	7630	52,4	1	7630	52,4
Suma total				41355	288,7

El valor del PS se representa mediante la ecuación posterior.

[Fórmula matemática 2]

$$\delta \text{ (valor del PS)} = \sqrt{\frac{\sum \Delta_{ei}}{\sum \Delta_{vi}}}$$

Puesto que los valores de $\sum\Delta e_i$ y $\sum\Delta v_i$ son como se muestran en la Tabla 1, el valor del PS se puede determinar al ajustar cada valor a la ecuación anterior para que sea 11,969.

5 En el segundo aspecto de la presente invención, la relación de componentes de la unidad de polioxialquileno a la unidad de éster aromático a la unidad de uretano, que son los componentes que constituyen una resina de poliuretano, es importante para alcanzar simultáneamente la propiedad de convergencia y la dispersabilidad del haz de fibras de carbono. La unidad de polioxialquileno proporciona un agente de apresto con hidrofilia para mejorar la dispersabilidad del haz de fibras de carbono en un medio de dispersión acuoso. El contenido de la unidad de polioxialquileno necesaria para mejorar la dispersabilidad es de 73 a 98% en masa basándose en la masa total de cada unidad independientemente de la estructura de la unidad de uretano.

10 Cuando el contenido es menor que este límite inferior, la hidrofilia del agente de apresto es deficiente, con lo que no se puede producir por sí misma una dispersión del agente de apresto, o no se exhibe suficiente dispersabilidad en el medio de dispersión acuoso. Cuando está por encima de este límite superior, la capacidad de manejo y la propiedad de convergencia son deficientes.

15 El contenido de unidades de polioxialquileno preferido para mejorar la dispersabilidad varía dependiendo de la estructura de la unidad de uretano. En caso de que la unidad de uretano esté compuesta por uretano aromático, el contenido es preferiblemente de 85 a 97% en masa y más preferiblemente de 89 a 94% en masa.

En caso de que la unidad de uretano esté compuesta por uretano alifático, el contenido de unidades de polioxialquileno preferido para mejorar la dispersabilidad es preferiblemente de 78 a 98% en masa, más preferiblemente de 83 a 97%, y aún más preferiblemente de 88 a 92%, basado en la masa total de cada unidad.

20 La unidad de éster aromático mejora la termorresistencia y la propiedad de convergencia del haz de fibras de carbono. El contenido de unidades de éster aromático necesario para mejorar la dispersabilidad varía dependiendo de la estructura de la unidad de uretano.

25 En caso de que la unidad de uretano esté compuesta por uretano aromático, es necesario que contenga la unidad de éster aromático en una cantidad de 0,5 a 15% en masa basándose en la masa total de cada unidad. Cuando la cantidad es menor de este límite inferior, la termorresistencia reducida del haz de fibras de carbono afecta a la aceptabilidad del procedimiento, o la propiedad de convergencia disminuye. Cuando está por encima de este límite superior, no se exhibe una dispersabilidad suficiente debido a una hidrofilia deficiente del agente de apresto. La cantidad es preferiblemente de 0,8 a 9% en masa y más preferiblemente de 3 a 6% en masa.

30 En caso de que la unidad de uretano esté compuesta por uretano alifático, el contenido de la unidad de éster aromático necesita ser de 0,5 a 10% en masa basándose en la masa total de cada unidad. El contenido es preferiblemente de 2,5 a 9% en masa y más preferiblemente de 3 a 6% en masa.

La unidad de uretano hace a una película formada sobre la superficie de las fibras de carbono flexible y tenaz y mejora la capacidad de manejo y la propiedad de convergencia.

35 En caso de que la unidad de uretano esté compuesta por uretano aromático, el contenido de la unidad de uretano aromático necesita ser de 1,5 a 10% en masa basándose en la masa total de cada unidad. Cuando el contenido es menor que este límite inferior, la flexibilidad y la tenacidad del agente de apresto se pierden, dando como resultado una película frágil, lo que disminuye la capacidad de manejo y la propiedad de convergencia. Cuando está por encima de este límite superior, no se exhibe suficiente dispersabilidad debido a una hidrofilia deficiente del agente de apresto. La cantidad es preferiblemente de 2,3 a 6,5% en masa y más preferiblemente de 3 a 5% en masa.

40 En caso de que la unidad de uretano esté compuesta por uretano alifático, el contenido de la unidad de uretano alifático necesita ser de 1,5 a 11% en masa basándose en la masa total de cada unidad. Cuando el contenido es menor de este límite inferior, la flexibilidad y la tenacidad del agente de apresto se pierden, dando como resultado una película frágil, lo que disminuye la capacidad de manejo y la propiedad de convergencia. Cuando está por encima de este límite superior, no se exhibe suficiente dispersabilidad debido a una hidrofilia deficiente del agente de apresto. La cantidad es preferiblemente de 4,5 a 8,5% en masa y más preferiblemente de 4,5 a 6,5% en masa.

45 Según se describe anteriormente, a fin de que el haz de fibras de carbono exhiba buenas capacidad de manejo, propiedad de convergencia y dispersabilidad, es importante que la unidad de polioxialquileno, la unidad de éster aromático y la unidad de uretano estén contenidas en una relación de constitución particular. La relación de constitución de estas unidades se puede medir, por ejemplo, a partir de la longitud de onda de absorción y la intensidad de los espectros IR así como a partir de la relación en peso de los materiales. Por ejemplo, la unidad de polioxialquileno, la unidad de éster aromático y la unidad de uretano aromático muestran una absorción característica a de 1070 a 1150 cm^{-1} (tensión de C-O-C), a de 1717 a 1750 cm^{-1} (tensión de éster C=O) y a de 1690 a 1720 cm^{-1} (tensión de uretano C=O), respectivamente, y, por lo tanto, la relación de constitución de la unidad de polioxialquileno a la unidad de éster aromático a la unidad de uretano se puede determinar, por ejemplo, a partir de las velocidades de absorción.

[Aditivos]

En la presente invención, independientemente de si es el primer aspecto o el segundo aspecto, una pequeña cantidad de las otras unidades se puede incluir en el componente de la resina de poliuretano usado en el agente de apresto con la condición de que no se dificulte el objetivo de la presente invención. Ejemplos de las otras unidades incluyen, por ejemplo, alquilenglicol de bajo peso molecular, ciclohexanodiol, una poliamina tal como hexametildiamina y similares.

Además, el agente de apresto usado en la presente invención puede contener agentes antiespumantes, emulsionantes, agentes antipútricos, ciclicidas, agentes de reticulación, antioxidantes, termoestabilizantes y componentes tales como resinas epoxídicas, resinas acrílicas y diversas resinas termoplásticas con la condición de que no se dificulte el objetivo de la presente invención. También se pueden añadir agentes de apresto conocidos.

[Método para preparar un agente de apresto]

En el primer aspecto de la presente invención, se puede obtener un agente de apresto, por ejemplo, al añadir diisocianato a un componente de polioliol para permitir que avance la reacción de poliadición (polimerización por adición).

El agente de apresto usado en el segundo aspecto de la presente invención se puede obtener, por ejemplo, mediante el siguiente método. Específicamente, un ácido dicarboxílico aromático y un alquilenglicol se calientan para que la reacción de deshidratación produzca un polioliol que contiene éster aromático, al que se añade un polialquilenglicol, y se enfría hasta una temperatura apropiada, y a continuación se añade un diisocianato para permitir que avance la reacción de poliadición (polimerización por adición), con lo que se puede obtener el agente de apresto de interés.

En la presente invención, independientemente de si es el primer aspecto o el segundo aspecto, es importante que la cantidad de deposición de un agente de apresto sobre la fibra de carbono esté en el intervalo de 0,5 a 7% en masa basándose en 100% en masa del haz de fibras de carbono desde el punto de vista del equilibrio entre propiedad de convergencia y dispersabilidad. Si la cantidad de deposición es menor que este límite inferior, la formación de película será insuficiente, y la propiedad de convergencia y la dispersabilidad del haz de fibras de carbono serán deficientes. Si está por encima de este límite superior, la capacidad de manejo será insuficiente debido a que el haz de fibras se endurece, lo que es perjudicial en cuanto al coste. La cantidad es preferiblemente de 1 a 5% en masa y más preferiblemente de 1,2 a 3% en masa.

El tratamiento de apresto de fibras de carbono se lleva a cabo generalmente al secar y retirar un medio de dispersión después de sumergir un haz de fibras de carbono continuo en una solución o una dispersión de un agente de apresto en un medio acuoso (un líquido de apresto) o después de añadir en forma de gotas, rociar o pulverizar un líquido de apresto sobre fibras de carbono.

En el segundo aspecto de la presente invención, un haz de fibras de carbono que usa éster aromático como una unidad de éster y uretano aromático como una unidad de uretano tiene una propiedad de convergencia y una dispersabilidad aún mejores cuando la temperatura de secado sea 180°C o más. Aunque la reacción no está clara, esto se debe probablemente a que el agente de apresto del que se ha retirado la materia volátil exhibe fluidez y cubre las fibras uniformemente. Para incrementar la temperatura durante un procedimiento de secado, el agente de apresto necesita contener la unidad de éster aromático y la unidad de uretano aromático. La unidad de éster aromático y la unidad de uretano aromático mejoran la termorresistencia del agente de apresto para suprimir la descomposición térmica durante el procedimiento de secado. Si la unidad de éster aromático no está contenida, la descomposición térmica del agente de apresto avanza, dando como resultado una formación irregular de películas, y por lo tanto la propiedad de convergencia y la dispersabilidad disminuyen.

La termorresistencia del agente de apresto se puede determinar mediante termogravimetría (TG) del agente de apresto puro. La termogravimetría es una medida del cambio de peso después de que una muestra se haya dejado reposar bajo condiciones de temperatura particulares, y la pérdida de peso se incrementa con el avance de la descomposición térmica debido a una termorresistencia deficiente. Si la pérdida de peso térmica del agente de apresto durante el tratamiento a 230°C durante 15 minutos no es mayor de 30%, la descomposición térmica se puede suprimir incluso en el intervalo de temperatura durante el procedimiento de secado descrito anteriormente, y se puede obtener una propiedad de convergencia superior.

Cuando el haz de fibras de carbono de la presente invención se usa en un procedimiento de fabricación de papel, se usa una fibra cortada obtenida al cortar una mecha, que es una fibra continua sobre la que se deposita el agente de apresto descrito anteriormente, con una máquina de corte conocida tal como un cortador de guillotina. Aunque la longitud de la fibra cortada no es restrictiva, es preferible cortar hasta aproximadamente de 1 a 20 mm. Cuando la longitud del corte está en este intervalo, se puede obtener un sustrato que tiene un excelente equilibrio entre la capacidad de trabajo en la fabricación de papel, la propiedad mecánica y las propiedades de conductividad eléctrica.

Además, el agente de apresto usado en la presente invención mantiene su dispersabilidad incluso cuando la concentración de fibras de carbono en un medio de dispersión acuoso es alta y es capaz de prevenir la reagregación de las fibras individuales una vez dispersadas. Se cree que se ha expresado una dispersabilidad excelente debido a que el agente de apresto exhibe alta afinidad para el medio de dispersión acuoso y al mismo tiempo tiene una excelente afinidad para las fibras de carbono. En otras palabras, se cree que se ha expresado una dispersabilidad excelente

debido a que la unidad de polioxialquileno, que es hidrófila, y la unidad de éster aromático y la unidad de uretano aromático, que son hidrófobas, constituyen una resina de poliuretano a una relación apropiada, con lo que el equilibrio entre la hidrofilia de la unidad de polioxialquileno y la afinidad de la unidad de éster aromático y la unidad de uretano aromático para fibras de carbono está bien controlado.

5 Ejemplos

La presente invención se describirá ahora con más detalle por medio de ejemplos.

Métodos para medir las diversas propiedades de la fibra de carbono usada en la descripción de la presente invención son como se describen posteriormente.

(1) Cantidad de deposición de agente de apresto

- 10 Se recogieron aproximadamente 5 g de la fibra de carbono sobre la que se deposita un agente de apresto y se pusieron en un recipiente termorresistente. A continuación, el recipiente se secó a 120°C durante 3 horas y se enfrió hasta temperatura ambiente teniendo cuidado de no provocar absorción de humedad; a continuación, la fibra de carbono se pesó y el peso se tomó como W_1 (g). Posteriormente, el recipiente con la fibra de carbono en el mismo se calentó en una atmósfera de nitrógeno a 450°C durante 15 minutos y a continuación se enfrió hasta temperatura ambiente
- 15 teniendo cuidado de no provocar absorción de humedad; la fibra de carbono se pesó y el peso se tomó como W_2 (g). A través del procedimiento anterior, la cantidad de deposición del agente de apresto sobre la fibra de carbono se determinó mediante la siguiente ecuación.

$$\text{Cantidad de deposición (\% en peso)} = 100 \times \{(W_1 - W_2)/W_2\}$$

(2) Evaluación de la propiedad de convergencia

- 20 Un haz de fibras de carbono se cortó y se recogieron aproximadamente 70 g [valor pesado: M (g)] de una fibra cortada para la introducción en un cilindro graduado de 500 ml. Posteriormente, el cilindro graduado se sometió a un tratamiento de golpeo desde una altura de 2,54 cm sobre una lámina de caucho con un grosor de 4 mm 60 veces, y a continuación se leyó el volumen de la fibra cortada en el cilindro graduado, V (ml). A través de este procedimiento, se determinó la densidad aparente D mediante la siguiente ecuación.

25 $D = M / V$

El número de medida era tres veces y la densidad aparente media obtenida al dividir una densidad aparente por el número de medida se evaluó en una escala de 4 puntos desde A hasta D. De A a C son aceptables y D es inaceptable.

A: Densidad aparente media de 0,35 o más

B: Densidad aparente media de no menos de 0,25 y menos de 0,35

- 30 C: Densidad aparente media de no menos de 0,2 y menos de 0,25

D: Densidad aparente media de menos de 0,2

(3) Evaluación de la dispersabilidad

(i) Evaluación de la dispersabilidad (Normal)

- 35 Una fibra cortada hasta 6 mm de longitud en una cantidad de 0,05 g se pone en 300 ml de agua, y lo resultante se agita lentamente durante 20 segundos y a continuación se deja reposar durante 20 segundos. El estado dispersado de la fibra de carbono se observó visualmente y la dispersabilidad se evaluó en una escala de 4 puntos desde A hasta D. De A a B son aceptables y de C a D son inaceptables.

A: El número de haces de fibras que no están abiertos es menor de 2

B: El número de haces de fibras que no están abiertos no es menor de 2 y es menor de 5

- 40 C: El número de haces de fibras que no están abiertos no es menor de 5 y es menor de 10

D: El número de haces de fibras que no están abiertos es 10 o más

(ii) Evaluación de la dispersabilidad (Alta concentración)

- 45 Una fibra cortada, cortada hasta 6 mm de longitud, en una cantidad de 2 g se pone en un recipiente con un diámetro de 150 mm que contiene 1.000 ml de agua y lo resultante se agita lentamente durante 60 segundos y a continuación se deja reposar durante 60 segundos. El agua se separó por filtración y tres pequeños fragmentos de 2 cm x 2 cm se cortaron de la fibra de carbono laminar obtenida para medir el número de haces de fibras que no están abiertos mediante observación al microscopio. La observación se llevó a cabo tanto sobre el anverso como sobre el reverso

de los pequeños fragmentos, y la dispersabilidad se evaluó a partir del número total de haces de fibras que no están abiertos en una escala de 4 puntos desde A hasta D. De A a C son aceptables y D es inaceptable.

A: El número de haces de fibras que no están abiertos es menor de 5

B: El número de haces de fibras que no están abiertos no es menor de 5 y es menor de 9

5 C: El número de haces de fibras que no están abiertos no es menor de 10 y es menor de 19

D: El número de haces de fibras que no están abiertos es 20 o más

(4) Evaluación de la termorresistencia (Pérdida de peso térmica)

10 Para 30 mg de un agente de apresto puro, se realizó termogravimetría isotérmica bajo una atmósfera de aire a 230°C usando un analizador térmico diferencial (TG-DTA) para medir la TG (%) después de 15 minutos. La termorresistencia se evaluó a partir de la velocidad de pérdida de peso en una escala de 4 puntos desde A hasta D. La termorresistencia deficiente es indeseable no solo debido a la reducción de la capacidad de trabajo y la reducción de la propiedad de convergencia del haz de fibras de carbono asociadas con la presencia de productos de descomposición térmica, sino también en cuanto a la seguridad y el medioambiente.

A: La pérdida de peso térmica no es mayor de 10%

15 B: La pérdida de peso térmica es mayor de 10% y no mayor de 20%

C: La pérdida de peso térmica es mayor de 20% y no mayor de 30%

D: La pérdida de peso térmica es mayor de 30%

(4) Medida del valor de drapeado

20 Bajo una atmósfera de $23 \pm 5^\circ\text{C}$, un haz de fibras de carbono cortado hasta 30 cm se fijó al borde de una base paralelepípedica rectangular. La fijación se llevó a cabo de tal modo que el haz de fibras de carbono sobresaliese del borde de la base 25 cm. En otras palabras, el punto 5 cm desde el extremo del haz de fibras de carbono se fijó en el borde de la base, según se muestra en la Figura 1. Después de dejar que el haz de fibras de carbono reposara en este estado durante 30 minutos, se midió la distancia más corta entre el extremo de la fibra de carbono que no estaba fijado a la base y la cara de la base para determinar el valor de drapeado. Para el número de medidas, $n = 5$, y se empleó el valor medio.

25

(5) Medida de la cantidad de agente de apresto eluida

30 Un agente de apresto se diluyó con agua para preparar 4% en peso de una solución acuosa o una dispersión en agua. Un papel de filtro (papel de filtro nº 2, diámetro: 90 mm, disponible de ADVANEC) se sumergió en esto durante 1 minuto y a continuación se secó bajo presión reducida a 60°C durante 2 horas para depositar el agente de apresto en el papel de filtro. La cantidad de deposición del agente de apresto se calculó a partir de los pesos del papel de filtro antes y después de la deposición del agente de apresto. Posteriormente, el papel de filtro se sumergió en 250 ml de agua para eluir el agente de apresto. Se midieron los pesos secos del papel de filtro después de 1 minuto y después de 5 minutos y se calculó la cantidad eluida del agente de apresto desde el papel de filtro (% en peso).

(Ejemplo de referencia 1: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-1))

35 Eilenglicol (2 mol) y ácido tereftálico (1 mol) se calentaron a 180°C con agitación para la reacción de deshidratación hasta que el índice de acidez fuera 1 o menos para obtener tereftalato de bis(2-hidroxietilo) (BHET).

Polietilenglicol (PEG) (peso molecular medio en peso: 6.200) en una cantidad de 96,2 partes en peso y 0,99 partes en peso de BHET se calentaron hasta 120°C y se añadieron a esto 2,86 partes en peso de diisocianato de tolieno (TDI). La mezcla resultante se agitó para obtener un poliaducto de alquilenglicol/éster aromático/uretano aromático.

40 El poliaducto obtenido se diluyó con agua hasta una concentración de 10% para obtener una solución acuosa de agente de apresto (a-1).

(Ejemplo de referencia 2: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-2))

45 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-2) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 93,7 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 6.200), 2,56 partes en peso de BHET y 3,72 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 3: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-3))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-3) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 89,2 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 6.200), 5,49 partes en peso de BHET y 5,31 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 4: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-4))

- 5 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-4) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 85,1 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 6.200), 8,14 partes en peso de BHET y 6,76 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 5: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-5))

- 10 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-5) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 96,6 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 7.000), 0,88 partes en peso de BHET y 2,55 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 6: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-6))

- 15 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-6) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 90,3 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 7.000), 4,92 partes en peso de BHET y 4,76 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 7: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-7))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-7) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 80,0 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 7.000), 11,62 partes en peso de BHET y 8,43 partes en peso de TDI.

- 20 (Ejemplo de referencia 8: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-8))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-8) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 97,6 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 0,62 partes en peso de BHET y 1,80 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 9: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-9))

- 25 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-9) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 93,0 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 3,55 partes en peso de BHET y 3,43 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 10: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-10))

- 30 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-10) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 90,2 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 5,35 partes en peso de BHET y 4,44 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 11: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-11))

- 35 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-11) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 85,1 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 8,65 partes en peso de BHET y 6,28 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 12: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-12))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-12) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 96,4 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 20.000), 1,84 partes en peso de BHET y 1,78 partes en peso de TDI.

- 40 (Ejemplo de referencia 13: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-13))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-13) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 91,9 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 20.000), 4,67 partes en peso de BHET y 3,39 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 14: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-14))

- 45 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-14) mediante poliadición bajo las mismas condiciones que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que se usaron 97,7 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 6.200) y 2,33 partes en peso de TDI y que no se usó BHET.

(Ejemplo de referencia 15: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-15))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-15) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 98,1 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 0,28 partes en peso de BHET y 1,61 partes en peso de TDI.

5 (Ejemplo de referencia 16: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-16))

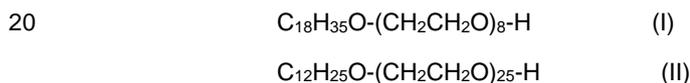
Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-16) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 98,8 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 20.000), 0,31 partes en peso de BHET y 0,91 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 17: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-17))

10 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-17) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 69,5 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 4.000), 17,67 partes en peso de BHET y 12,83 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 18: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-18))

15 Según el Ejemplo de referencia 1 del Documento de patente 1 (documento WO 2006/019139), un agente tensioactivo (A) obtenido al mezclar 80 partes en peso de éter oleílico de polioxietileno representado por la fórmula química (I) posterior que tiene un peso molecular medio en número de 600 y un HLB de 11,3 y 20 partes en peso de éter alquílico de polioxietileno representado por la fórmula química (II) posterior que tiene un peso molecular medio en número de 1300 y un HLB de 17 se preparó en una solución acuosa de una concentración de 20% en peso para obtener una solución acuosa de agente de apresto (a-18).



(Ejemplo de referencia 19: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-19))

25 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-19) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 89,0 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 2.000), 2,8 partes en peso de BHET y 8,2 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 20: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-20))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-20) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 94,2 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 4.000), 1,5 partes en peso de BHET y 4,3 partes en peso de TDI.

30 (Ejemplo de referencia 21: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-21))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-21) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 90,6 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 4.000), 3,8 partes en peso de BHET y 5,6 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 22: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-22))

35 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-22) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 93,6 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 25.750), 3,7 partes en peso de BHET y 2,7 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 23: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-23))

40 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-23) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 87,2 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 25.750), 7,8 partes en peso de BHET y 5,0 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 24: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-24))

45 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-24) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 94,7 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 31.500), 3,1 partes en peso de BHET y 2,2 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 25: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-25))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-25) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 89,3 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 31.500), 6,5 partes en peso de BHET y 4,2 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 26: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-26))

- 5 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-26) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 96,2 partes en peso de polipropilenglicol (PPG) (peso molecular medio en peso: 6.200) en lugar de PEG y usando 0,99 partes en peso de BHET y 2,86 partes en peso de TDI.

(Ejemplo de referencia 27: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-27))

- 10 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-27) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 6,62 partes en peso de diisocianato de metilendifenileno (MDI) en lugar de TDI y usando 88,2 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000) y 5,23 partes en peso de BHET.

(Ejemplo de referencia 28: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-28))

Etilenglicol (2 mol) y ácido isoftálico (1 mol) se calentaron a 180°C con agitación para la reacción de deshidratación hasta que el índice de acidez fuera 1 o menos para obtener isoftalato de bis(2-hidroxietilo) (m-BHET).

- 15 Polietilenglicol (PEG) (peso molecular medio en peso: 10.000) en una cantidad de 90,2 partes en peso y 5,35 partes en peso de m-BHET se calentaron hasta 120°C y se añadieron a esto 4,44 partes en peso de diisocianato de tolieno (TDI).

La mezcla resultante se agitó para obtener un poliaducto de alquilenglicol/éster aromático/uretano aromático.

- 20 El poliaducto obtenido se diluyó con agua hasta una concentración de 10% para obtener una solución acuosa de agente de apresto (a-28).

(Ejemplo de referencia 29: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-29))

Etilenglicol (2 mol) y ácido tereftálico (1 mol) se calentaron a 180°C con agitación para la reacción de deshidratación hasta que el índice de acidez fuera 1 o menos para obtener tereftalato de bis(2-hidroxietilo) (BHET).

- 25 Polietilenglicol (PEG) (peso molecular medio en peso: 6,200) en una cantidad de 95,2 partes en peso y 0,98 partes en peso de BHET se calentaron hasta 120°C, y se añadieron a esto 3,84 partes en peso de diisocianato de isoforona (IPDI). La mezcla resultante se agitó para obtener un poliaducto de alquilenglicol/éster aromático/uretano alifático.

El poliaducto obtenido se diluyó con agua hasta una concentración de 10% para obtener una solución acuosa de agente de apresto (a-29).

(Ejemplo de referencia 30: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-30))

- 30 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-30) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 92,5 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 6.200), 2,53 partes en peso de BHET y 4,97 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 31: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-31))

- 35 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-31) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 87,6 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 6.200), 5,39 partes en peso de BHET y 7,06 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 32: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-32))

- 40 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-32) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 83,1 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 6.200), 7,95 partes en peso de BHET y 8,94 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 33: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-33))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-33) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 95,7 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 7.000), 0,87 partes en peso de BHET y 3,42 partes en peso de IPDI.

- 45 (Ejemplo de referencia 34: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-34))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-34) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 88,8 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 7.000), 4,84 partes en peso de BHET y 6,35 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 35: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-35))

- 5 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-35) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 97,0 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 0,62 partes en peso de BHET y 2,42 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 36: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-36))

- 10 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-36) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 91,9 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 3,50 partes en peso de BHET y 4,60 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 37: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-37))

- 15 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-37) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 88,8 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 5,27 partes en peso de BHET y 5,92 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 38: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-38))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-38) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 83,2 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 8,46 partes en peso de BHET y 8,32 partes en peso de IPDI.

- 20 (Ejemplo de referencia 39: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-39))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-39) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 95,8 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 20.000), 1,83 partes en peso de BHET y 2,40 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 40: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-40))

- 25 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-40) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 90,8 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 20.000), 4,62 partes en peso de BHET y 4,54 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 41: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-41))

- 30 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-41) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 86,4 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 2.000), 2,75 partes en peso de BHET y 10,81 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 42: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-42))

- 35 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-42) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 92,7 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 4.000) y 1,47 partes en peso de BHET y usando 5,80 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 43: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-43))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-43) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 88,8 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 4.000), 3,76 partes en peso de BHET y 7,40 partes en peso de IPDI.

- 40 (Ejemplo de referencia 44: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-44))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-44) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 92,7 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 25.750), 3,66 partes en peso de BHET y 3,60 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 45: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-45))

- 45 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-45) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 85,7 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 25.750), 7,62 partes en peso de BHET y 6,66 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 46: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-46))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-46) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 94,0 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 31.500), 3,03 partes en peso de BHET y 2,98 partes en peso de IPDI.

5 (Ejemplo de referencia 47: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-47))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-47) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 88,0 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 31.500), 6,39 partes en peso de BHET y 5,59 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 48: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-48))

10 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-48) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 3,81 partes en peso de diisocianato de hexametileno (HDI) en lugar de IPDI y usando 93,6 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 6,200) y 2,56 partes en peso de BHET.

(Ejemplo de referencia 49: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-49))

15 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-49) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 48, excepto que usando 90,2 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 7.000), 4,91 partes en peso de BHET y 4,87 partes en peso de HDI.

(Ejemplo de referencia 50: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-50))

20 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-50) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 48, excepto que usando 90,1 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 5,35 partes en peso de BHET y 4,54 partes en peso de HDI.

(Ejemplo de referencia 51: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-51))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-51) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 88,8 partes en peso de polipropilenglicol (PPG) (peso molecular medio en peso: 10.000) en lugar de PEG y usando 5,27 partes en peso de BHET y 5,92 partes en peso de IPDI.

25 (Ejemplo de referencia 52: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-52))

Etilenglicol (2 mol) y ácido isoftálico (1 mol) se calentaron a 180°C con agitación para la reacción de deshidratación hasta que el índice de acidez fuera 1 o menos para obtener isoftalato de bis(2-hidroxietilo) (mBHET).

30 Polietilenglicol (PEG) (peso molecular medio en peso: 10.000) en una cantidad de 88,8 partes en peso y 5,27 partes en peso de mBHET se calentaron hasta 120°C y se añadieron a esto 5,92 partes en peso de diisocianato de isoforona (IPDI). La mezcla resultante se agitó para obtener un poliaducto de alquilenglicol/éster aromático/uretano alifático.

El poliaducto obtenido se diluyó con agua hasta una concentración de 10% para obtener una solución acuosa de agente de apresto (a-52).

(Ejemplo de referencia 53: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-53))

35 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-53) mediante poliadición bajo las mismas condiciones que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que se usaron 96,9 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 6.200) y 3,13 partes en peso de IPDI y que no se usó BHET.

(Ejemplo de referencia 54: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-54))

40 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-54) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 97,6 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 0,28 partes en peso de BHET y 2,17 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 55: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-55))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-55) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 98,5 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 20.000), 0,31 partes en peso de BHET y 1,23 partes en peso de IPDI.

45 (Ejemplo de referencia 56: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-56))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-56) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 77,6 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 7.000), 11,28 partes en peso de BHET y 11,09 partes en peso de IPDI.

(Ejemplo de referencia 57: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-57))

- 5 Un mol de polietilenglicol (PEG) (peso molecular medio en peso: 2.000) (91,99 partes en peso) se calentó hasta 120°C y se añadió a esto 1 mol de diisocianato de tolieno (TDI) (8,01 partes en peso). La mezcla resultante se agitó para obtener un poliaducto de PEG-TDI. El poliaducto obtenido se diluyó con agua hasta una concentración de 10% en masa para obtener una solución acuosa de agente de apresto (a-57).

(Ejemplo de referencia 58: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-58))

- 10 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-58) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 57, excepto que usando PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 4.000. La relación de materiales para obtener el poliaducto de PEG-TDI era 1 mol de PEG (95,83 partes en peso) a 1 mol de TDI (4,17 partes en peso).

(Ejemplo de referencia 59: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-59))

- 15 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-59) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 57, excepto que usando PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 6.200. La relación de materiales para obtener el poliaducto de PEG-TDI era 1 mol de PEG (97,27 partes en peso) a 1 mol de TDI (2,73 partes en peso).

(Ejemplo de referencia 60: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-60))

- 20 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-60) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 57, excepto que usando PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 7.000. La relación de materiales para obtener el poliaducto de PEG-TDI era 1 mol de PEG (97,57 partes en peso) a 1 mol de TDI (2,43 partes en peso).

(Ejemplo de referencia 61: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-61))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-61) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 57, excepto que usando PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 10.000. La relación de materiales para obtener el poliaducto de PEG-TDI era 1 mol de PEG (98,29 partes en peso) a 1 mol de TDI (1,71 partes en peso).

- 25 (Ejemplo de referencia 62: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-62))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-62) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 57, excepto que usando PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 20.000. La relación de materiales para obtener el poliaducto de PEG-TDI era 1 mol de PEG (99,14 partes en peso) a 1 mol de TDI (0,86 partes en peso).

(Ejemplo de referencia 63: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-63))

- 30 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-63) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 57, excepto que usando PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 25.750. La relación de materiales para obtener el poliaducto de PEG-TDI era 1 mol de PEG (99,33 partes en peso) a 1 mol de TDI (0,67 partes en peso).

(Ejemplo de referencia 64: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-64))

- 35 Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-64) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 57, excepto que usando PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 31.500. La relación de materiales para obtener el poliaducto de PEG-TDI era 1 mol de PEG (99,45 partes en peso) a 1 mol de TDI (0,55 partes en peso).

(Ejemplo de referencia 65: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-65))

- 40 Se dejó que 1 mol de PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 10.000 (97,56 partes en peso) y 1 mol de diisocianato de metilendifenileno (MDI) (2,44 partes en peso) sufrieran poliadición del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 57, y lo resultante se diluyó con agua hasta 10% en masa para obtener una solución acuosa de agente de apresto (a-65).

(Ejemplo de referencia 66: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-66))

- 45 Se dejó que 1 mol de PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 10.000 (98,35 partes en peso) y 1 mol de diisocianato de hexametileno (HDI) (1,65 partes en peso) sufrieran poliadición del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 57 y lo resultante se diluyó con agua hasta 10% en masa para obtener una solución acuosa de agente de apresto (a-66).

(Ejemplo de referencia 67: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-67))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-67) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 57, excepto que se usó 1 mol de polipropilenglicol (PPG) que tenía un peso molecular medio en peso de 10.000 (98,29 partes en peso) en lugar de PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 2.000 y que se usó TDI en una cantidad de 1 mol (1,71 partes en peso) para obtener un poliaducto de PEG-TDI.

5 (Ejemplo de referencia 68: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-68))

Etilenglicol (1,2 moles) y ácido tereftálico (0,6 moles) se calentaron a 180°C con agitación para la reacción de deshidratación hasta que el índice de acidez fuera 1 o menos para obtener tereftalato de bis(2-hidroxiethyl) (BHET).

Una mezcla de 0,4 moles de PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 10.000 (92,45 partes en peso) y 0,6 moles de BHET (3,53 partes en peso) se calentó hasta 120°C y se añadió a esto 1 mol de TDI (4,03 partes en peso).
10 La mezcla resultante se agitó para obtener un poliaducto de PEG/BHET-TDI. El poliaducto obtenido se diluyó con agua hasta una concentración de 10% en masa para obtener una solución acuosa de agente de apresto (a-68).

(Ejemplo de referencia 69: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-69))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-69) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 68, excepto que usando PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 7.000. La relación de materiales para obtener un poliaducto de PEG/BHET-TDI era 0,4 moles de PEG (89,55 partes en peso) a 0,6 moles de BHET (4,88 partes en peso) a 1 mol de TDI (5,57 partes en peso).
15

(Ejemplo de referencia 70: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-70))

Etilenglicol (1,2 moles) y ácido adípico (0,6 moles) se calentaron a 180°C con agitación para la reacción de deshidratación hasta que el índice de acidez fuera 1 o menos para obtener adipato de bis(2-hidroxiethyl) (BHEA).

Una mezcla de 0,4 moles de PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 10.000 (92,71 partes en peso) y 0,6 moles de BHEA (3,26 partes en peso) se calentó hasta 120°C y se añadió a esto 1 mol de TDI (4,04 partes en peso).
20 La mezcla resultante se agitó para obtener un poliaducto de PEG/BHEA-TDI. El poliaducto obtenido se diluyó con agua hasta una concentración de 10% en masa para obtener una solución acuosa de agente de apresto (a-70).

(Ejemplo de referencia 71: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-71))

Etilenglicol (1,2 moles) y ácido succínico (0,6 moles) se calentaron a 180°C con agitación para la reacción de deshidratación hasta que el índice de acidez fuera 1 o menos para obtener succinato de bis(2-hidroxiethyl) (BHES).
25

Una mezcla de 0,4 moles de PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 10.000 (93,07 partes en peso) y 0,6 moles de BHES (2,88 partes en peso) se calentó hasta 120°C y se añadió a esto 1 mol de TDI (4,05 partes en peso).
30 La mezcla resultante se agitó para obtener un poliaducto de PEG/BHES-TDI. El poliaducto obtenido se diluyó con agua hasta una concentración de 10% en masa para obtener una solución acuosa de agente de apresto (a-71).

(Ejemplo de referencia 72: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-72))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-72) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 68, excepto que usando 1 mol de diisocianato de isoforona (IPDI) como diisocianato. La relación de materiales para obtener un poliaducto de PEG/BHET-IPDI era 0,4 moles de PEG (91,43 partes en peso) a 0,6 moles de BHET (3,49 partes en peso) a 1 mol de IPDI (5,08 partes en peso).
35

(Ejemplo de referencia 73: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-73))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-73) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 57, excepto que usando 1 mol de diisocianato de isoforona (IPDI) como diisocianato. La relación de materiales para obtener un poliaducto de PEG-IPDI era 1 mol de PEG (97,83 partes en peso) a 1 mol de IPDI (2,17 partes en peso).

40 (Ejemplo de referencia 74: Preparación de solución acuosa de agente de apresto (a-74))

Se obtuvo una solución acuosa de agente de apresto (a-74) del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 71, excepto que se usaron 0,1 moles de PEG que tenía un peso molecular medio en peso de 10.000 (71,28 partes en peso) y 0,9 mol de BHET (16,31 partes en peso) para obtener BHET y que se usó 1 mol de TDI (12,41 partes en peso) para obtener un poliaducto de PEG/BHET-TDI.

45 (Ejemplo 1)

En una solución acuosa obtenida al ajustar la solución acuosa de agente de apresto del Ejemplo de referencia 1 (a-1) para tener una concentración de 3,5%, un haz continuo de fibra de carbono (T700S-12K disponible de TORAY INDUSTRIES, INC.) se sumergió para la deposición del agente de apresto y se secó con un secador de aire caliente a 210°C durante 1 minuto. El haz de fibras de carbono obtenido sobre el que se había depositado el agente de apresto se cortó hasta 6 mm de longitud para obtener una fibra cortada. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema
50

con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

(Ejemplo 2)

5 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 2 (a-2) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

10 (Ejemplo 3)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 3 (a-3) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

15 (Ejemplo 4)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 4 (a-4) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

20 (Ejemplo 5)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 5 (a-5) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

25 (Ejemplo 6)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 6 (a-6) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

30 (Ejemplo 7)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 7 (a-7) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

35 (Ejemplo 8)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 8 (a-8) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

40 (Ejemplo 9)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 9 (a-9) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

45 (Ejemplo 10)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 10 (a-10) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

5

(Ejemplo 11)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 11 (a-11) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

10

(Ejemplo 12)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 12 (a-12) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

15

(Ejemplo 13)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 13 (a-13) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

20

(Ejemplo 14)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que la solución acuosa de agente de apresto del Ejemplo de referencia 10 (a-10) se ajustó para tener una concentración de 2,0%. La cantidad de deposición del agente de apresto era 1,5% en masa. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

25

(Ejemplo 15)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que la solución acuosa de agente de apresto del Ejemplo de referencia 10 (a-10) se ajustó para tener una concentración de 1,2%. La cantidad de deposición del agente de apresto era 0,8% en masa. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

30

(Ejemplo 16)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 19 (a-19) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

35

(Ejemplo 17)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 20 (a-20) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

40

(Ejemplo 18)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 21 (a-21) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

45

50

(Ejemplo 19)

5 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 22 (a-22) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido era ligeramente rígido pero se podía arrollar alrededor de una bobina. No había problema con las pelusas. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

(Ejemplo 20)

10 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 23 (a-23) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido era ligeramente rígido pero se podía arrollar alrededor de una bobina. No había problema con las pelusas. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

(Ejemplo 21)

15 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 24 (a-24) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido era ligeramente rígido pero se podía arrollar alrededor de una bobina. No había problema con las pelusas. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

(Ejemplo 22)

20 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 25 (a-25) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido era ligeramente rígido pero se podía arrollar alrededor de una bobina. No había problema con las pelusas. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

(Ejemplo 23)

25 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 26 (a-26) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido era rígido pero se podía arrollar alrededor de una bobina. No había problema con las pelusas. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

(Ejemplo 24)

30 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 27 (a-27) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido era rígido pero se podía arrollar alrededor de una bobina. No había problema con las pelusas. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

(Ejemplo 25)

35 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 28 (a-28) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. No había problema con las pelusas. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 2.

(Ejemplo 26)

40 En una solución acuosa obtenida al ajustar la solución acuosa de agente de apresto del Ejemplo de referencia 29 (a-29) para tener una concentración de 3,5%, un haz continuo de fibras de carbono (T700S-12K disponible de TORAY INDUSTRIES, INC.) se sumergió para la deposición del agente de apresto y se secó con un secador de aire caliente a 170°C durante 2 minutos. El haz de fibras de carbono obtenido sobre el que se ha depositado el agente de apresto se cortó hasta una longitud de 6 mm para obtener una fibra cortada. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 27)

45 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 30 (a-30) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 28)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 31 (a-31) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 29)

- 5 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 32 (a-32) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 30)

- 10 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 33 (a-33) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 31)

- 15 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 34 (a-34) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 32)

- 20 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 35 (a-35) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 33)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 36 (a-36) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 34)

- 25 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 37 (a-37) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 35)

- 30 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 38 (a-38) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 36)

- 35 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 39 (a-39) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 37)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 40 (a-40) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

- 40 (Ejemplo 38)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 41 (a-41) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 39)

- 45 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 42 (a-42) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 40)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 43 (a-43) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

5 (Ejemplo 41)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 44 (a-44) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 42)

10 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 45 (a-45) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 43)

15 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 46 (a-46) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 44)

20 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 47 (a-47) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 45)

25 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que la solución acuosa de agente de apresto del Ejemplo de referencia 37 (a-37) se ajustó para tener una concentración de 2,0%. La cantidad de deposición del agente de apresto era 1,6% en masa. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 46)

30 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que la solución acuosa de agente de apresto del Ejemplo de referencia 37 (a-37) se ajustó para tener una concentración de 1,2%. La cantidad de deposición del agente de apresto era 0,7% en masa. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 47)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 48 (a-48) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

35 (Ejemplo 48)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 49 (a-49) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 49)

40 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 50 (a-50) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 50)

45 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 51 (a-51) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 51)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 52 (a-52) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 3.

(Ejemplo 52)

- 5 En una solución acuosa obtenida al ajustar la solución acuosa de agente de apresto del Ejemplo de referencia 57 (a-57) para tener una concentración de 3,5%, un haz continuo de fibras de carbono (T700S-12K disponible de TORAY INDUSTRIES, INC.) se sumergió para la deposición del agente de apresto y se secó con un secador de aire caliente a 170°C durante 2 minutos. El haz de fibras de carbono obtenido sobre el que se ha depositado el agente de apresto se cortó hasta una longitud de 6 mm para obtener una fibra cortada. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 53)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 58 (a-58) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

- 15 (Ejemplo 54)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 59 (a-59) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 55)

- 20 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 60 (a-60) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 56)

- 25 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 61 (a-61) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 57)

- 30 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 62 (a-62) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 58)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 63 (a-63) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

- 35 (Ejemplo 59)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 64 (a-64) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 60)

- 40 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 65 (a-65) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 61)

- 45 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 66 (a-66) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 62)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 67 (a-67) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 63)

- 5 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 68 (a-68) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 64)

- 10 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 69 (a-69) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 65)

- 15 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 70 (a-70) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 66)

- 20 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 71 (a-71) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 67)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 72 (a-72) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 68)

- 25 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que la solución acuosa de agente de apresto del Ejemplo de referencia 61 (a-61) se ajustó para tener una concentración de 2,0%. La cantidad de deposición del agente de apresto era 1,4% en masa. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo 69)

- 30 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que la solución acuosa de agente de apresto del Ejemplo de referencia 61 (a-61) se ajustó para tener una concentración de 1,2%. La cantidad de deposición del agente de apresto era 0,7% en masa. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 4.

(Ejemplo comparativo 1)

- 35 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 14 (a-14) como una solución acuosa de agente de apresto. Aunque el haz de fibras de carbono obtenido era ligeramente rígido y podía arrollarse difícilmente alrededor de una bobina, era manejable. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 5. La ausencia de BHET daba como resultado que la dispersabilidad fuera deficiente cuando se incrementaban la densidad aparente del haz de fibras de carbono y la concentración del haz de fibras de carbono.

40

(Ejemplo comparativo 2)

- 45 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 15 (a-15) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 5. La cantidad deficiente de la unidad de éster aromático daba como resultado una densidad aparente deficiente.

(Ejemplo comparativo 3)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 16 (a-16) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pero se observaban pelusas aquí y allá en los haces de fibras, dando como resultado una reducción de la capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 5. La cantidad deficiente de la unidad de éster aromático daba como resultado una densidad aparente deficiente.

(Ejemplo comparativo 4)

Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 17 (a-17) como una solución acuosa de agente de apresto. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 5. La cantidad en exceso de la unidad de éster aromático y la unidad de uretano aromático disminuía la dispersabilidad.

(Ejemplo comparativo 5)

En una solución acuosa obtenida al ajustar la solución acuosa de agente de apresto del Ejemplo de referencia 18 (a-18) para tener una concentración de 3,5%, un haz continuo de fibras de carbono (T700S disponible de TORAY INDUSTRIES, INC.) se sumergió para la deposición del agente de apresto y se secó con un secador de aire caliente a 200°C durante 2 minutos. El haz de fibras de carbono con agente de apresto depositado obtenido se cortó hasta una longitud de 6 mm para obtener una fibra cortada. La cantidad de deposición del agente de apresto depositada sobre la fibra cortada era 2,2% en masa. El haz de fibras de carbono obtenido no tenía problema con la capacidad de arrollamiento alrededor de una bobina, pelusas o similares y tenía buena capacidad de manejo. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 5. El haz de fibras de carbono obtenido tenía escasa dispersabilidad, y la deficiencia de dispersabilidad era significativa especialmente a alta concentración.

(Ejemplo comparativo 6)

Según el Ejemplo 1 del Documento de patente 4 (documento JP 2007-231441 A), se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 1 usando HYDRAN AP-40 (disponible de DIC Corporation, suspensión al 22,5%) como un agente de apresto. Aunque el haz de fibras de carbono obtenido era bastante rígido, era manejable. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 5. El haz de fibras de carbono obtenido exhibía poca o ninguna dispersabilidad.

(Ejemplo comparativo 7)

Según el Ejemplo 2 del Documento de patente 4 (documento JP 2007-231441 A), se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo comparativo 6, excepto que se usó HYDRAN AP-30F (disponible de DIC Corporation, suspensión al 20%) como un agente de apresto. Aunque el haz de fibras de carbono obtenido era bastante rígido, era manejable. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 5. El haz de fibras de carbono obtenido exhibía poca o ninguna dispersabilidad.

(Ejemplo comparativo 8)

Según el Ejemplo 3 del Documento de patente 4 (documento JP 2007-231441 A), se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo comparativo 6, excepto que se usó HYDRAN AP-20 (disponible de DIC Corporation, suspensión al 29,5%) como un agente de apresto. Aunque el haz de fibras de carbono obtenido era bastante rígido, era manejable. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 5. El haz de fibras de carbono obtenido exhibía poca o ninguna dispersabilidad.

(Ejemplo comparativo 9)

Según el Ejemplo 4 del Documento de patente 4 (documento JP 2007-231441 A), se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo comparativo 6, excepto que se usó HYDRAN HW-140SF (disponible de DIC Corporation, suspensión al 25%) como un agente de apresto. Aunque el haz de fibras de carbono obtenido era bastante rígido, era manejable. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 5. El haz de fibras de carbono obtenido exhibía poca o ninguna dispersabilidad.

(Ejemplo comparativo 10)

Se preparó una solución acuosa de agente de apresto del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que usando 72,6 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 10.000), 16,62 partes en peso de BHET y 10,73 partes en peso de TDI. Sin embargo, puesto que la cantidad de BHET era demasiado grande, el agente de apresto no se disolvía en agua, y el agente de apresto sufría separación de fases, no pudiéndose preparar de ese modo una solución acuosa.

(Ejemplo comparativo 11)

5 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 53 (a-53) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 6. La ausencia de BHET daba como resultado una densidad aparente deficiente del haz de fibras de carbono.

(Ejemplo comparativo 12)

10 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 54 (a-54) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 6. La cantidad deficiente de la unidad de éster aromático daba como resultado una densidad aparente deficiente.

(Ejemplo comparativo 13)

15 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 55 (a-55) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 6. La cantidad deficiente de la unidad de éster aromático y la unidad de uretano alifático daba como resultado una densidad aparente deficiente.

(Ejemplo comparativo 14)

20 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 26, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 56 (a-56) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 6. La cantidad en exceso de la unidad de éster aromático y la unidad de uretano alifático disminuía la dispersabilidad.

(Ejemplo comparativo 15)

25 Se preparó una solución acuosa de agente de apresto del mismo modo que en el Ejemplo de referencia 29, excepto que usando 75,5 partes en peso de PEG (peso molecular medio en peso: 6.200), 12,4 partes en peso de BHET y 12,2 partes en peso de IPDI. Sin embargo, el agente de apresto no se disolvía en agua y el agente de apresto sufría separación de fases, no pudiéndose preparar de ese modo una solución acuosa.

(Ejemplo comparativo 16)

30 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 73 (a-73) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 7. El valor del PS fuera del intervalo daba como resultado una dispersabilidad deficiente especialmente a alta concentración.

(Ejemplo comparativo 17)

35 Se obtuvo una fibra cortada del mismo modo que en el Ejemplo 52, excepto que usando el agente de apresto del Ejemplo de referencia 74 (a-74) como una solución acuosa de agente de apresto. Las evaluaciones de las propiedades del haz de fibras de carbono obtenido se muestran colectivamente en la Tabla 7. El valor del PS fuera del intervalo daba como resultado una dispersabilidad muy deficiente

[Tabla 2]

Ejemplo N°	Agente de apresto	Relación en masa de unidades (% en masa)								Peso molecular medio de PEG	Pérdida de peso térmica (%)	Cantidad de deposición de agente de apresto (% en masa)	Densidad aparente (g/ml)	Dispersabilidad	
		Unidad de polioxialquileno		Unidad de éster aromático		Unidad de uretano aromático		Normal	Alta concentración						
		PEG	PPG	BHET	m-BHET	TDI	MDI								
1	a-1	96,2	-	0,99	-	2,86	-	6200	C	2	B	A	A		
2	a-2	93,7	-	2,56	-	3,72	-	6200	B	2,3	A	A	B		
3	a-3	89,2	-	5,49	-	5,31	-	6200	A	2,6	A	A	B		
4	a-4	85,1	-	8,14	-	6,76	-	6200	A	2,6	A	B	B		
5	a-5	96,6	-	0,88	-	2,55	-	7000	C	2,1	C	A	A		
6	a-6	90,3	-	4,92	-	4,76	-	7000	A	2,5	A	A	A		
7	a-7	80,0	-	11,62	-	8,43	-	7000	A	2,7	B	B	B		
8	a-8	97,6	-	0,62	-	1,80	-	10000	C	2,1	C	A	A		
9	a-9	93,0	-	3,55	-	3,43	-	10000	B	2,5	A	A	A		
10	a-10	90,2	-	5,35	-	4,44	-	10000	A	2,6	A	A	A		
11	a-11	85,1	-	8,65	-	6,28	-	10000	A	2,6	B	A	A		
12	a-12	96,4	-	1,84	-	1,78	-	20000	C	2,1	C	A	A		

Ejemplo N°	Agente de apresto	Relación en masa de unidades (% en masa)						Peso molecular medio de PEG	Pérdida de peso térmica (%)	Cantidad de deposición de agente de apresto (% en masa)	Densidad aparente (g/ml)	Dispersabilidad	
		Unidad de polioxiaquileno		Unidad de éster aromático		Unidad de uretano aromático						Normal	Alta concentración
		PEG	PPG	BHET	m-BHET	TDI	MDI						
13	a-13	91,9	-	4,67	-	3,39	-	20000	B	2,4	A	A	A
14	a-10	90,2	-	5,35	-	4,44	-	10000	A	1,5	A	A	A
15	a-10	90,2	-	5,35	-	4,44	-	10000	A	0,8	C	B	B
16	a-19	89,0	-	2,80	-	8,20	-	2000	D	2	B	B	B
17	a-20	94,2	-	1,50	-	4,30	-	4000	D	2,1	C	A	B
18	a-21	90,6	-	3,80	-	5,60	-	4000	C	2,2	B	B	B
19	a-22	93,6	-	3,70	-	2,70	-	25750	C	2,1	C	A	B
20	a-23	87,2	-	7,80	-	5,00	-	25750	B	2,4	B	B	B
21	a-24	94,7	-	3,10	-	2,20	-	31500	C	2,2	B	B	B
22	a-25	89,3	-	6,50	-	4,20	-	31500	B	2,4	B	A	B
23	a-26	-	96,2	0,99	-	2,86	-	6200	B	2,4	B	B	B
24	a-27	88,2	-	5,23	-	-	6,62	10000	A	2,5	A	B	B
25	a-28	90,2	-	-	5,35	4,44	-	10000	A	2,6	A	A	A

[Tabla 3]

Ejemplo N°	Agente de apresto	Relación en masa de unidades (% en masa)						Peso molecular medio de PEG	Valor de drapeado (cm)	Cantidad de deposición de agente de apresto (% en masa)	Densidad aparente (g/ml)	Dispersabilidad	
		Unidad de polioxialquileno		Unidad de éster aromático		Unidad de uretano alifático						Normal	Alta concentración
		PEG	PPG	BHET	m-BHET	IPDI	HDI						
26	a-29	95,2	-	0,98	-	3,84	-	6200	6,7	2,1	C	A	B
27	a-30	92,5	-	2,53	-	4,97	-	6200	5,9	2,3	B	A	B
28	a-31	87,6	-	5,39	-	7,06	-	6200	4,4	2,5	C	B	B
29	a-32	83,1	-	7,95	-	8,94	-	6200	3,5	2,6	C	B	C
30	a-33	95,7	-	0,87	-	3,42	-	7000	7,2	2,1	C	A	B
31	a-34	88,8	-	4,84	-	6,35	-	7000	9,2	2,6	B	A	A
32	a-35	97,0	-	0,62	-	2,42	-	10000	4,9	2,6	C	A	B
33	a-36	91,9	-	3,50	-	4,60	-	10000	11	2,1	A	A	A
34	a-37	88,8	-	5,27	-	5,92	-	10000	16	2,5	A	A	A
35	a-38	83,2	-	8,46	-	8,32	-	10000	6,3	2,5	B	A	B
36	a-39	95,8	-	1,83	-	2,40	-	20000	21	2,5	C	A	B
37	a-40	90,8	-	4,62	-	4,54	-	20000	18	2	B	A	B
38	a-41	86,4	-	2,75	-	10,81	-	2000	5,1	2,3	B	B	C

Ejemplo N°	Agente de apresto	Relación en masa de unidades (% en masa)						Peso molecular medio de PEG	Valor de drapeado (cm)	Cantidad de deposición de agente de apresto (% en masa)	Densidad aparente (g/ml)	Dispersabilidad	
		Unidad de polioxialquileno		Unidad de éster aromático		Unidad de uretano alifático						Normal	Alta concentración
		PEG	PPG	BHET	m-BHET	IPDI	HDI						
39	a-42	92,7	-	1,47	-	5,80	-	4000	7,7	2,3	C	B	C
40	a-43	88,8	-	3,76	-	7,40	-	4000	8,3	2,6	C	B	C
41	a-44	92,7	-	3,66	-	3,60	-	25750	22	2,3	C	A	C
42	a-45	85,7	-	7,62	-	6,66	-	25750	17	2,3	C	B	C
43	a-46	94,0	-	3,03	-	2,98	-	31500	22	2,2	C	B	B
44	a-47	88,0	-	6,39	-	5,59	-	31500	19	2,1	C	B	C
45	a-37	88,8	-	5,27	-	5,92	-	10000	7,6	1,6	B	A	B
46	a-37	88,8	-	5,27	-	5,92	-	10000	2,2	0,7	C	A	C
47	a-48	93,6	-	2,56	-	-	3,81	6200	13	2,4	B	B	C
48	a-49	90,2	-	4,91	-	-	4,87	7000	17	2,4	B	B	C
49	a-50	90,1	-	5,35	-	-	4,54	10000	20	2,5	A	B	C
50	a-51	-	88,8	5,27	-	5,92	-	10000	16	2,6	A	B	C
51	a-52	88,8	-	-	5,27	5,92	-	10000	17	2,6	A	A	B

[Tabla 4]

Ejemplo N°	Agente de apresto	Relación en masa de unidades (% en masa)											Peso molecular medio de PEG	valor del PS (call/cm ³)	Valor de drapeado (cm)	Cantidad de deposición de agente de apresto (% en masa)	Densidad aparente (g/ml)	Dispersabilidad	
		Unidad de poliol					Diisocianato			Normal	Alta concentración								
		Unidad de polioxialquileno	BHET	BHEA	BHES	Unidad de éster alifático	Unidad de uretano aromático	TDI	MDI			HDI						IPDI	
52	a-57	91,99	-	-	-	-	8,01	-	-	-	2000	12,373	4,8	2,5	C	A	B		
53	a-58	95,83	-	-	-	-	4,17	-	-	-	4000	12,370	6,5	2,7	B	A	B		
54	a-59	97,27	-	-	-	-	2,73	-	-	-	6200	12,368	6,2	2,6	B	A	A		
55	a-60	97,57	-	-	-	-	2,43	-	-	-	7000	12,368	5,5	2,7	B	A	A		
56	a-61	98,29	-	-	-	-	1,71	-	-	-	10000	12,367	7,3	2,6	B	A	A		
57	a-62	99,14	-	-	-	-	0,86	-	-	-	20000	12,367	11	2,6	B	A	B		
58	a-63	99,33	-	-	-	-	0,67	-	-	-	25750	12,366	9,2	2,7	C	A	B		
59	a-64	99,45	-	-	-	-	0,55	-	-	-	31500	12,366	13,6	2,6	C	A	B		
60	a-65	97,56	-	-	-	-	-	2,44	-	-	10000	12,300	14,4	2,5	B	A	B		
61	a-66	98,35	-	-	-	-	-	-	1,65	-	10000	11,751	16,1	2,6	C	A	B		
62	a-67	-	98,29	-	-	-	1,71	-	-	-	10000	12,247	11,9	2,5	B	A	C		
63	a-68	92,45	-	3,53	-	-	4,03	-	-	-	10000	13,113	4,9	2,7	A	A	A		
64	a-69	89,55	-	4,88	-	-	5,57	-	-	-	7000	13,113	6,3	2,7	A	A	A		

Ejemplo N°	Agente de apresto	Relación en masa de unidades (% en masa)											Peso molecular medio de PEG	valor del PS (cal/cm³)	Valor de drapeado (cm)	Cantidad de deposición de agente de apresto (% en masa)	Densidad aparente (g/ml)	Dispersabilidad		
		Unidad de polioliol					Diisocianato											Normal	Alta concentración	
		Unidad de polioxialquileno		Unidad de éster aromático		Unidad de éster alifático		Unidad de uretano aromático		Unidad de uretano alifático		HDI								IPDI
		PEG	PPG	BHET	BHEA	BHES	TDI	MDI	Unidad de uretano aromático	Unidad de uretano alifático										
65	a-70	92,71	-	-	3,26	-	4,04	-	-	-	-	-	10000	12,757	10,4	2,5	B	A	C	
66	a-71	93,07	-	-	-	2,88	4,05	-	-	-	-	-	10000	12,886	10,5	2,5	B	A	B	
67	a-72	91,43	-	3,49	-	-	-	-	-	-	-	5,08	10000	11,779	11	2,1	A	A	A	
68	a-61	98,29	-	-	-	-	1,71	-	-	-	-	-	10000	12,367	6,2	1,4	B	A	B	
69	a-61	98,29	-	-	-	-	1,71	-	-	-	-	-	10000	12,367	3,5	0,7	C	B	C	

[Tabla 5]

Ejemplo comparativo Nº	Agente de apresto	Relación en masa de unidades (% en masa)			Peso molecular medio de PEG	Pérdida de peso térmica (%)	Cantidad de deposición de agente de apresto (% en masa)	Densidad aparente (g/ml)	Dispersabilidad	
		Unidad de polioxialquileno	Unidad de éster aromático	Unidad de uretano aromático					Normal	Alta concentración
1	a-14	PEG	BHET	TDI	6200	D	1,7	D	A	D
2	a-15	98,1	0,28	1,61	10000	D	1,7	D	A	B
3	a-16	98,8	0,31	0,91	20000	D	1,8	D	B	D
4	a-17	69,5	17,67	12,83	4000	B	2,3	B	C	D
5	a-18	-	-	-	-	D	2,2	B	B	D
6	HYDRAN AP-40	-	-	-	-	-	2,5	C	D	D
7	HYDRAN AP-30 F	-	-	-	-	-	2,6	C	D	D
8	HYDRAN AP-20	-	-	-	-	-	2,5	C	D	D
9	HYDRAN HW140SF	-	-	-	-	-	2,5	C	D	D

[Tabla 6]

Ejemplo comparativo Nº	Agente de apresto	Relación en masa de unidades (% en masa)			Peso molecular medio de PEG	Valor de drapeado (cm)	Cantidad de deposición de agente de apresto (% en masa)	Densidad aparente (g/ml)	Dispersabilidad	
		Unidad de polioxialquileno	Unidad de éster aromático	Unidad de uretano alifático					Normal	Alta concentración
11	a-53	PEG	BHET	IPDI	6200	21	1,7	D	B	C
12	a-54	96,9	0,00	3,13	10000	10	1,8	D	B	C
13	a-55	97,6	0,28	2,17	20000	1,9	1,8	D	B	C
14	a-56	98,5	0,31	1,23	7000	9,9	2,5	D	C	D

[Tabla 7]

Ejemplo comparativo N°	Agente de apresto	Relación en masa de unidades (% en masa)						Peso molecular medio de PEG	valor del PS (cal/cm³)	Valor de drapeado (cm)	Cantidad de deposición de agente de apresto (% en masa)	Densidad aparente (g/ml)	Dispersabilidad	
		Unidad de polioli			Diisocianato								Normal	Alta concentración
		Unidad de polioxialqueno	Unidad de éster alifático	Unidad de uretano aromático	Unidad de uretano alifático	Unidad de uretano aromático	Unidad de uretano alifático							
													PEG	BHET
16	a-73	97,83	-	-	2,17	-	10.000	11,034	12,1	2,6	C	B	D	
17	a-74	71,28	16,31	12,41	-	-	10.000	13,485	9,8	2,7	B	D	D	

Lo siguiente está claro a partir de los Ejemplos de la Tabla 2 y los Ejemplos comparativos de la Tabla 5.

5 Específicamente, en el caso de los agentes de apresto mostrados en los Ejemplos en los que la unidad de polioxialquileno, la unidad de éster aromático y la unidad de uretano aromático se combinan apropiadamente, el haz de fibras de carbono alcanza simultáneamente densidad aparente y dispersabilidad y exhibe buena dispersabilidad aun cuando la concentración del haz de fibras de carbono se haya incrementado particularmente. Además, se ha revelado que cuando se obtiene el haz de fibras de carbono que tiene excelente termorresistencia, también tiene excelente densidad aparente.

Lo siguiente está claro a partir de los Ejemplos de la Tabla 3 y los Ejemplos comparativos de la Tabla 6.

10 Específicamente, en el caso de los agentes de apresto mostrados en los Ejemplos en los que la unidad de polioxialquileno, la unidad de éster aromático y la unidad de uretano alifático se combinan apropiadamente, el haz de fibras de carbono alcanza simultáneamente densidad aparente y dispersabilidad y exhibe buena dispersabilidad aun cuando la concentración del haz de fibras de carbono se haya incrementado particularmente. Además, se puede decir que se ha obtenido un haz de fibras de carbono que tiene excelente capacidad de manejo que se arrolla fácilmente alrededor de una bobina y tiene poca pelusa debido a que el valor de drapeado está controlado dentro del intervalo apropiado.

15 Además, la medida de la cantidad eluida de un agente de apresto se efectuó para confirmar que una película que usa poliuretano hidrosoluble tiene excelente dispersabilidad en un medio de dispersión acuoso. Los resultados se muestran en la Tabla 8. El agente de apresto hidrosoluble se eluye en agua a una velocidad constante y una gran porción se eluye en 5 minutos; se puede observar que las películas formadas con el agente de apresto exhiben hidrosolubilidad. 20 En otras palabras, se cree que los haces de fibras de carbono mostrados en los Ejemplos estaban provistos de alta dispersabilidad debido a que la hidrosolubilidad del agente de apresto estaba apropiadamente controlada. Por otra parte, en los Ejemplos comparativos 6 a 9, la cantidad eluida es pequeña aun cuando el papel de filtro sobre el que se ha depositado el agente de apresto se sumerge en agua durante 5 minutos, y se puede observar que la película una vez formada es ligeramente soluble en agua. En otras palabras, se cree que debido a la baja hidrosolubilidad del 25 agente de apresto, los haces de fibras eran deficientes en afinidad para el agua, y por lo tanto los haces de fibras no se dispersaban y exhibían poca dispersabilidad.

[Tabla 8]

	Cantidad de agente de apresto eluida (% en peso)	
	Después de 1 min	Después de 5 min
Ejemplo 53	55	100
Ejemplo 56	54	96
Ejemplo 64	40	84
Ejemplo comparativo 6	8	12
Ejemplo comparativo 7	12	16
Ejemplo comparativo 8	10	19
Ejemplo comparativo 9	1	9

Lo siguiente está claro a partir de los Ejemplos de la Tabla 4 y los Ejemplos comparativos de la Tabla 7 y la Tabla 8.

30 Específicamente, en el caso del agente de apresto basado en poliuretano mostrado en los Ejemplos que tiene un valor del PS apropiadamente controlado, la capacidad de manejo, la propiedad de convergencia y la dispersabilidad de la fibra de carbono se controlan de un modo equilibrado, y se exhibe una buena dispersabilidad aun cuando la concentración del haz de fibras de carbono se haya incrementado particularmente. Además, se puede decir que se ha obtenido un haz de fibras de carbono que tiene excelente capacidad de manejo que se arrolla fácilmente alrededor de 35 una bobina y tiene poca pelusa debido a que el valor de drapeado se controla dentro de un intervalo apropiado.

Aplicabilidad industrial

5 El haz de fibras de carbono sobre el que se deposita el agente de apresto de la presente invención tienen excelentes propiedades de convergencia y dispersabilidad en un medio de dispersión acuoso y por lo tanto proporciona una lámina de fibra de carbono que alcanza dispersión uniforme a nivel de una fibra individual a través de un procedimiento de fabricación de papel. La lámina de fibra de carbono se puede utilizar adecuadamente, por ejemplo, en materiales para electrodos, elementos calefactores planos y láminas antiestáticas. Además, un material compuesto de fibra de carbono que tenga excelentes propiedades mecánicas y propiedades de conductividad eléctrica se puede producir usando una resina conocida como un material de base.

Descripción de símbolos

- 10 1: Haz de fibras de carbono
2: Base paralelepípedica rectangular
3: Valor de drapeado

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un haz de fibras de carbono que tiene fibras de carbono y un agente de apresto, en el que dicho agente de apresto comprende una resina de poliuretano hidrosoluble que tiene un valor del PS de 11,2 a 13,3 (determinado según se indica en la descripción) y el agente de apresto está depositado sobre dichas fibras de carbono en un grado de 0,5 a 7% en masa.
2. Un haz de fibras de carbono que tiene fibras de carbono y un agente de apresto, en donde dicho agente de apresto comprende una resina de poliuretano compuesta por el componente mostrado en (A) y el componente mostrado en (B1) o (B2) posteriormente, y el agente de apresto está depositado sobre dichas fibras de carbono en un grado de 0,5 a 7% en masa:
- 10 (A) de 73 a 98% en masa de una unidad de polioxialquileno;
- (B1) de 0,5 a 15% en masa de una unidad de éster aromático, de 1,5 a 10% en masa de una unidad de uretano aromático derivada de diisocianatos aromáticos ; y
- (B2) de 0,5 a 10% en masa de una unidad de éster aromático, de 1,5 a 11% en masa de una unidad de uretano alifático derivada de diisocianatos alifáticos.
- 15 3. El haz de fibras de carbono según la reivindicación 2, en el que dicha resina de poliuretano está compuesta por 85 a 97% en masa de una unidad de polioxialquileno, de 0,8 a 9% en masa de una unidad de éster aromático y de 2,3 a 6,5% en masa de una unidad de uretano aromático.
4. El haz de fibras de carbono según la reivindicación 2, en el que dicha resina de poliuretano está compuesta por de 89 a 94% en masa de una unidad de polioxialquileno, de 3 a 6% en masa de una unidad de éster aromático y de 3 a 5% en masa de una unidad de uretano aromático.
- 20 5. El haz de fibras de carbono según la reivindicación 3, en el que dicha unidad de uretano aromático comprende diisocianato de tolieno.
6. El haz de fibras de carbono según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la pérdida de peso térmica de dicho agente de apresto después de 15 minutos a 230°C no es mayor de 30%.
- 25 7. El haz de fibras de carbono según la reivindicación 2, en el que dicha resina de poliuretano está compuesta por de 78 a 98% en masa de una unidad de polioxialquileno, de 2,5 a 9% en masa de una unidad de éster aromático y de 4,5 a 8,5% en masa de una unidad de uretano alifático.
8. El haz de fibras de carbono según la reivindicación 7, en el que dicha resina de poliuretano está compuesta por de 83 a 97% en masa de una unidad de polioxialquileno, de 3 a 6% en masa de una unidad de éster aromático y de 4,5 a 6,5% en masa de una unidad de uretano alifático.
- 30 9. El haz de fibras de carbono según la reivindicación 7, en el que dicha unidad de uretano alifático comprende diisocianato de isoforona.
10. El haz de fibras de carbono según una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 9, en el que dicha unidad de polioxialquileno comprende un polialquilenglicol que tiene un peso molecular medio en peso de 4.000 a 21.000.
- 35 11. El haz de fibras de carbono según una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 10, en el que dicha unidad de polioxialquileno comprende polietilenglicol.
12. El haz de fibras de carbono según una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 11, en el que dicha unidad de éster aromático comprende tereftalato de bis(2-hidroxietilo) o isoftalato de bis(2-hidroxietilo).
- 40 13. El haz de fibras de carbono según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, que tiene un valor de drapeado de 2 a 20 cm.
14. El haz de fibras de carbono según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que dicho haz de fibras de carbono comprende de 1.000 a 60.000 fibras individuales.
15. El haz de fibras de carbono según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que dicho haz de fibras de carbono es una fibra cortada que tiene una longitud de fibras de 1 a 20 mm.

45

[Figura 1]

