

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 777 479**

51 Int. Cl.:

D01F 1/10 (2006.01)

D01F 6/04 (2006.01)

D01D 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.10.2018 E 18200366 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.01.2020 EP 3508623**

54 Título: **Fibra de polietileno de alto peso molecular ultra alto compuesta de grafeno y método de preparación de la misma**

30 Prioridad:

08.01.2018 CN 201810014733

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

05.08.2020

73 Titular/es:

**JIANGSU HANVO SAFETY PRODUCT CO., LTD.
(100.0%)**

**No. 128, Jinshajiang Road, Rudong New
Development Zone
Rudong, Jiangsu, CN**

72 Inventor/es:

**OU, CHONGHUA;
REN, SHENDONG;
ZHANG, MING y
WANG, XIANHUA**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 777 479 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Fibra de polietileno de alto peso molecular ultra alto compuesta de grafeno y método de preparación de la misma

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto y a un método de preparación de la misma, y pertenece al campo técnico de las fibras de alto rendimiento.

Antecedentes

10 La fibra de polietileno de peso molecular ultra alto (UHMWPE) también se conoce como fibra de polietileno de resistencia ultra alta (UHMWPE), fibra de polietileno de módulo ultra alto (UHMWPE). Debido a su incomparable ultra alta resistencia a la tracción, puede utilizarse UHMWPE para producir fibras con módulo de elasticidad y resistencia ultra altos mediante hilatura en gel, y las fibras resultantes tienen una resistencia a la tracción de hasta 3-3,5 GPa, y un módulo elástico a tracción de hasta 100-125 GPa; y la resistencia de las fibras que es la más alta de todas las fibras que se han comercializado hasta la fecha, 4 veces mayor que la fibra de carbono, 10 veces mayor que el alambre de acero y el 50% mayor que la fibra de aramida. Se utiliza ampliamente en equipamiento militar, equipamiento aeroespacial, de operaciones marítimas, deportivo y otros campos.

15 Las patentes para mejorar la resistencia al corte de la fibra incluyen los documentos CN102828312A, JP2004-19050, WO2008/046476, CN102037169A, etc., en donde las fibras de alta resistencia tales como el polietileno de alto peso molecular y la poliamida de alta simetría están recubiertas con metal inorgánico o fibra de vidrio. Sin embargo, debido a la adición de un material duro tal como un metal inorgánico o una fibra de vidrio, el cuerpo se nota duro y el uso no es cómodo. El grafeno tiene buenas propiedades mecánicas y propiedades autolubricantes, y puede recubrirse en la superficie de materiales duros para aumentar su lubricidad y compensar sus defectos. Sin embargo, si el polvo de grafeno se añade directamente durante la mezcla de hilatura, el grafeno se aglomera en gran cantidad, y se obtiene una mezcla de hilatura con poca capacidad de dispersión. En materiales compuestos, la dispersión de la fase de refuerzo en la matriz tiene una influencia crucial en las propiedades del material. El experimento verificó que si el polvo de grafeno se añadía directamente durante la mezcla de hilatura, el grafeno se dispersaba de manera desigual, lo que afectaría al rendimiento de corte del producto final, en el que las partículas de grafeno tienen una distribución amplia de tamaño de partícula, y el tamaño es grande y la aglomeración es grave y, por lo tanto, es difícil formar una interfaz eficaz con el aceite blanco. La uniformidad y la estabilidad de la dispersión de grafeno son bajas, lo que da como resultado una vida útil corta de la mezcla de hilatura.

20 Además, el documento CN 107326462 A se refiere a un método para preparar fibras de UHMWPE resistentes al desgaste y al corte, comprendiendo dicho método la preparación de un licor madre y un material de resina.

El documento CN 106149085 A describe fibras de UHMWPE resistentes al corte, así como un método de preparación de las mismas. Las fibras de UHMWPE resistentes al corte consisten en polietileno de peso molecular ultra alto, arcilla de organosilicato expandible, grafeno modificado y un antioxidante.

25 El documento CN 106222781 A describe una composición de UHMWPE. Dicha composición comprende carburo de silicio, grafeno modificado y polietileno de peso molecular ultra alto, en donde el grafeno modificado es grafeno injertado con polietileno hiperramificado.

30 El documento WO 2006/010521 A1 se refiere a un procedimiento para fabricar una fibra compuesta de nanotubos de carbono/polietileno de masa molar ultra alta (CNT/UHPE) que comprende las etapas de a) pretratar CNT con una solución acuosa ácida; b) elaborar una composición que contiene CNT pretratados dispersados en una solución de UHPE en un disolvente para hilar; y c) hilar la composición obtenida en fibras.

El contenido técnico enumerado en la técnica anterior es solo representativo de la tecnología que poseen los inventores, y no se toma como técnica anterior para evaluar la novedad y la inventiva de la presente invención.

Compendio de la invención

35 Un objeto de la presente invención es proporcionar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto dispersada homogéneamente con fibra de vidrio y grafeno para las deficiencias de la técnica anterior.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un método para preparar la fibra compuesta de polietileno de ultra alto peso molecular anterior.

Los objetos de la presente invención se logran específicamente mediante las siguientes soluciones técnicas:

40 Un método de preparación de una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto comprende mezclar fibra de vidrio, suspensión de grafeno, polvo de UHMWPE y aceite blanco e hincharse hasta un estado fundido, y luego enfriar en un hilado en gel, y finalmente formar una fibra a partir del hilado en gel.

Según un aspecto de la invención, la fibra de vidrio representa del 0,2% en peso al 10% en peso de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto, y el grafeno representa del 0,01% en peso al 3% en peso de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

5 Según un aspecto de la invención, la fibra de vidrio representa del 1% en peso al 6% en peso de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto, y el grafeno representa el 0,05% en peso de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

La realización preferida del método anterior para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto comprende:

10 preparar una premezcla de fibra de vidrio: dispersar fibra de vidrio en un primer aceite blanco para obtener la premezcla de fibra de vidrio;

preparar una premezcla de suspensión de grafeno: triturar suspensión de grafeno, filtrar, luego añadir el residuo del filtro a un segundo aceite blanco, y luego añadir un primer UHMWPE al segundo aceite blanco que contenía el residuo del filtro de grafeno, calentar la premezcla hasta una primera temperatura, elevar la primera temperatura hasta una segunda temperatura después de que la misma no burbujeara, y mantener la segunda temperatura;

15 preparar una mezcla de hilatura: mezclar la premezcla de fibra de vidrio, la premezcla de suspensión de grafeno, un segundo UHMWPE, un antioxidante, y un tercer aceite blanco para obtener la mezcla de hilatura;

hinchar y mezclar la mezcla de hilatura para formar un estado fundido y extruir la mezcla de hilatura que está en estado fundido;

enfriar para formar un hilado en gel; y

20 obtener la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto a partir del hilado en gel.

En el método de preparación de la premezcla de fibra de vidrio, la mezcla de la fibra de vidrio y el aceite blanco se agita mediante un emulsionador, y algunas de las fibras de vidrio más largas se cortarán, de manera que la razón de aspecto de la fibra de vidrio sea más homogénea. se potencie el efecto de homogeneización, y se evite el subsiguiente taponamiento por hilatura.

25 Según un aspecto de la invención, la premezcla de fibra de vidrio contiene el 5-30% en peso, preferiblemente el 10-25% en peso, y lo más preferiblemente el 25% en peso de las fibras de vidrio.

Según un aspecto de la invención, el método de dispersión para dispersar la fibra de vidrio en el primer aceite blanco comprende: en primer lugar verter la fibra de vidrio en el primer aceite blanco, mezclar previamente, y luego agitar a alta velocidad con un emulsionador para formar una suspensión homogénea.

30 La mezcla de fibra de vidrio y aceite blanco se fuerza mediante acción mecánica a pasar a través de un hueco estrecho a alta velocidad. Bajo la acción de efectos hidromecánicos, debido al gran gradiente de velocidad en el hueco estrecho entre el rotor y el estator creado por la alta velocidad tangencial generada por la rotación a alta velocidad que crea el rotor, y la fuerte energía cinética creada por el efecto mecánico de alta frecuencia, se somete el material a una acción sintética de fuerte cizallamiento hidráulico, extrusión centrífuga, fricción de capa líquida, desgarrar por impacto y turbulencia y similares en el hueco entre el estator y el rotor, de manera que las incompatibles fase sólida y fase líquida se dispersan homogénea y finamente y se homogenizan con la función del aditivo, y luego las partículas o gotitas de la fase dispersa se rompen para lograr el propósito de una emulsificación homogénea tras una circulación de alta frecuencia.

35 Según un aspecto de la invención, el emulsionador tiene una velocidad de agitación de 3000 rpm a 10000 rpm, preferiblemente de 3.500 rpm; y el tiempo de agitación es de 5 min a 60 min, preferiblemente de 10 min a 30 min, y lo más preferiblemente de 15 min.

Según un aspecto de la invención, la fibra de vidrio tiene un diámetro de 3 μm a 10 μm , preferiblemente de 5 μm a 7 μm ; y/o la fibra de vidrio tiene una longitud promedio de 30 μm a 100 μm , preferiblemente de 50 μm a 70 μm ; y/o, la fibra de vidrio tiene una longitud en el intervalo de 10 μm a 600 μm , preferiblemente de 50 μm a 400 μm .

40 Según un aspecto de la invención, la fibra de vidrio se modifica previamente con un agente de acoplamiento y luego se usa para preparar la premezcla de fibra de vidrio. El método de tratamiento específico es el siguiente: se disuelve el agente de acoplamiento en etanol anhidro, y luego se añade la fibra de vidrio para mezclar homogéneamente, impregnar, secar, triturar y filtrar con malla 100.

45 Según un aspecto de la invención, el agente de acoplamiento se añade en una cantidad de desde el 0,1% hasta el 3% en peso, preferiblemente desde el 0,2% hasta el 2% en peso, basándose en la masa total de la fibra de vidrio.

50 Según un aspecto de la invención, el tiempo de inmersión de la fibra de vidrio en la solución de etanol del agente de acoplamiento es de desde 10 min hasta 5 h, preferiblemente desde 30 min hasta 2 h.

Según un aspecto de la invención, la temperatura de secado es de desde 50°C hasta 180°C, preferiblemente de desde 80°C hasta 130°C; y el tiempo de secado es de desde 1 h hasta 6 h, preferiblemente de desde 2 h hasta 3 h.

Según un aspecto de la invención, el agente de acoplamiento es uno o una mezcla de dos o más agentes de acoplamiento de silano.

- 5 En donde, el agente de acoplamiento de silano es preferiblemente uno o una mezcla de dos o más de A-150, A-151, A-171, KH-550, KH-560, KH-570, KH-580, KH-590, KH-902 o KH-792. Los A-150, A-151, A-171, KH-550, KH-560, KH-570, KH-580, KH-590, KH-902 o KH-792 son las calidades de los agentes de acoplamiento de silano, y el rendimiento de las diferentes calidades de agentes de acoplamiento es diferente. Estas calidades son calidades reconocidas internacionalmente.
- 10 Un agente de acoplamiento de silano es una clase de compuesto de organosilicio de bajo peso molecular con estructura especial, y su fórmula general es $RSiX_3$, en donde R representa un grupo funcional reactivo que tiene afinidad o reactividad con una molécula de polímero, tal como un grupo oxilo, vinilo, epoxi, amida, aminopropilo; X representa un grupo alcoxilo capaz de hidrolizarse, tal como halógeno, alcoxilo, aciloxilo. Durante el acoplamiento, el grupo X se transforma primero en un silanol, y luego se hace reaccionar con un grupo hidroxilo en la superficie de las partículas de polvo inorgánico para formar un enlace de hidrógeno y luego se condensa en un enlace covalente $-SiO-M$ (M representa la superficie de las partículas de polvo inorgánico). Al mismo tiempo, el silanol de cada molécula del silano se asocian entre sí para formar una película de estructura de red que cubre la superficie de las partículas de polvo para organicizar la superficie del polvo inorgánico.
- 15 El agente de acoplamiento A-150 es triclorosilano de vinilo, un líquido incoloro, soluble en un disolvente orgánico, y se hidroliza y alcoholiza fácilmente. El agente de acoplamiento A-150 tiene una fórmula molecular de $CH_2=CHSiCl_3$, un peso molecular de 161,5, un punto de ebullición de 90,6°C y una densidad de 1,265 g/cm³, que es adecuado para agentes de tratamiento superficial de fibra de vidrio y agentes de tratamiento laminado de plástico reforzado.
- 20 El agente de acoplamiento A-151 es trietoxisilano de vinilo con una fórmula molecular de $CH_2=CHSi(OCH_2CH_3)_3$, soluble en disolventes orgánicos, insoluble en agua de pH = 7, adecuado para polímero tal como polietileno, polipropileno, poliéster insaturado, así como fibra de vidrio, plástico, vidrio, cable, cerámicos, etc.
- 25 El agente de acoplamiento A-171 es trimetoxisilano de vinilo con una fórmula molecular de $CH_2=CHSi(OCH_3)_3$, un líquido transparente incoloro con una densidad de 0,95-0,99 g/cm³, un índice de refracción de 1,38-1,40 y un punto de ebullición de 123°C. Tiene las funciones de agente de acoplamiento y agente de reticulación, y es adecuado para polímero tal como polietileno, polipropileno, poliéster insaturado, y se usa comúnmente en fibra de vidrio, plástico, vidrio, cable, cerámica, caucho, etc.
- 30 El agente de acoplamiento KH-550 es γ -aminopropiltriethoxisilano, que corresponde a la calidad A-1100 (EE.UU.), tiene una densidad de 0,942 g/ml, un punto de fusión de -70°C, un punto de ebullición de 217°C, un índice de refracción de 1,42-1,422, y un punto de inflamación de 96°C. Se aplica a resinas termoplásticas y termoendurecibles rellenas de minerales tales como fenólica, poliéster, epoxi, PBT, poliamida, carbonato, que pueden mejorar en gran medida las propiedades físicas y mecánicas, tal como resistencia a la flexión en seco-mojado, resistencia a la compresión, y resistencia a la cizalladura y las propiedades eléctricas en mojado de los plásticos reforzados, y mejoran la humectabilidad y dispersabilidad de la carga en el polímero.
- 35 El agente de acoplamiento KH-560 es γ -glicidoxipropiltrimetoxisilano, que corresponde a la calidad A-187 (GE), y se usa comúnmente en masillas y sellantes de sulfuro múltiple y poliuretano, adhesivos de resina epoxi, resinas termoendurecibles rellenas o reforzadas, fibras de vidrio o resinas termoplásticas reforzadas con vidrio.
- 40 El agente de acoplamiento KH-570 es metacriloxisilano, que corresponde a la calidad A-174 (GE), y la apariencia es un líquido transparente incoloro o amarillento, que es soluble en acetona, benceno, éter, tetracloruro de carbono, y reacciona con agua. Este agente de acoplamiento tiene un punto de ebullición de 255°C, una densidad de 1,04 g/ml, un índice de refracción de 1,429 y un punto de inflamación de 88°C, que se utiliza principalmente para resinas de poliéster insaturado, y también para polibuteno, polietileno y monómero de etileno propileno dieno.
- 45 El agente de acoplamiento KH-580 es γ -mercaptopropiltriethoxisilano, que corresponde a la calidad A-1891 (EE.UU.), un líquido transparente incoloro con un olor especial, y es fácilmente soluble en diversos disolventes tales como etanol, acetona, benceno y tolueno. Este agente de acoplamiento es insoluble en agua, pero es propenso a la hidrólisis cuando se pone en contacto con agua o humedad, y tiene un punto de ebullición de 82,5°C, una gravedad específica de 1,000 (20°C), un punto de inflamación de 87°C y un peso molecular de 238.
- 50 El agente de acoplamiento KH-590 es γ -mercaptopropiltrimetoxisilano, correspondiente a la calidad A-189 (EE.UU.), tiene un peso molecular de 196,3399, una densidad de 1,057 g/ml, un punto de ebullición de 213-215°C, un índice de refracción de 1,441-1,443 y un punto de inflamación de 88°C, y a menudo se usa como agente de tratamiento de fibra de vidrio y agente de reticulación.
- 55 El agente de acoplamiento KH-792 es N- β -(aminoetil)- γ -aminopropiltrimetoxisilano con una fórmula molecular $NH_2(CH_2)_2NH(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$, tiene un peso molecular de 222, una densidad de 1,010-1,030 g/ml, un punto de

ebullición de 259°C, un índice de refracción de 1,4425-1,4460, y un punto de inflamación de 138°C, y es soluble en disolventes orgánicos.

5 El agente de acoplamiento KH-902 es γ -aminopropilmetildietoxisilano con una fórmula molecular $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_3\text{SiCH}_3(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$, tiene un peso molecular de 191,34, una densidad de $0,9160 \pm 0,0050$ g/ml, un punto de ebullición de 85-88°C/1,07 KPa y un índice de refracción de $1,4270 \pm 0,0050$, y es adecuado para la mayoría de los materiales orgánicos e inorgánicos.

Según un aspecto de la invención, la suspensión de grafeno es una mezcla de grafeno-etanol anhidro.

Preferiblemente, la suspensión de grafeno tiene una concentración de grafeno del 1% en peso al 8% en peso, preferiblemente el 5% en peso.

10 Según un aspecto de la invención, el grafeno es un polvo de grafeno que tiene una estructura de una única capa o de múltiples capas; preferiblemente, el grafeno de estructura de una única capa o de múltiples capas tiene un diámetro de lámina de 0,5-5 μm y un grosor de 0,5-30 nm; más preferiblemente, el grafeno de estructura de una única capa o de múltiples capas tiene un área superficial específica de 200-1000 m^2/g .

15 Según un aspecto de la invención, en el método para preparar la premezcla de suspensión de grafeno, la mezcla de grafeno-etanol anhidro se tritura hasta un tamaño de partícula de grafeno de $D_{99} < 7 \mu\text{m}$, preferiblemente, durante 3-5 h en un molino de arena, más preferiblemente, el molino de arena usa perlas de circonia como medio de molienda cuando se tritura, preferiblemente, las perlas de circonia tienen un diámetro de partícula de 0,6-0,8 mm; y el molino de arena tiene una velocidad de rotación de 1500-2800 rpm.

20 Según un aspecto de la invención, en el método para preparar la premezcla de suspensión de grafeno, la filtración emplea filtración por succión para eliminar la mayor parte del etanol anhidro.

Según un aspecto de la invención, en el método para preparar la premezcla de suspensión de grafeno, se añade el primer UHMWPE al residuo de filtro de grafeno contenido en el segundo aceite blanco con agitación a alta velocidad; preferiblemente, la agitación a alta velocidad tiene una velocidad de agitación de 1800-2000 rpm; y un tiempo de agitación de 5-20 min, preferiblemente 10 min.

25 Según un aspecto de la invención, en el método para preparar la premezcla de suspensión de grafeno, la primera temperatura es de 80-90°C.

Según un aspecto de la invención, en el método para preparar la premezcla de suspensión de grafeno, la segunda temperatura es de 135-170°C, preferiblemente 150°C.

30 Según un aspecto de la invención, en el método para preparar la premezcla de suspensión de grafeno, después de calentar hasta la segunda temperatura, la segunda temperatura se mantiene durante 2,5-4,5 h, preferiblemente 3 h.

35 Tras realizarse pruebas y derivaciones reiterativas en la presente invención, durante la preparación de la premezcla de suspensión de grafeno, dos clases de tratamientos de temperatura utilizados logran buenos efectos, de manera que la suspensión de grafeno no solo se dispersa homogéneamente y es fuerte en homogeneidad y estabilidad, sino también tiene una fuerte fusión con la premezcla de fibra de vidrio y el aceite blanco. En donde la primera temperatura (80-90°C) está destinada a eliminar la mayor parte del etanol anhidro que queda en el residuo de grafeno, después de eso se lleva a cabo un proceso adicional. El propósito de la segunda incubación de temperatura es permitir que el UHMWPE absorba suficiente energía sin reacción química para hincharse totalmente y disolverse completamente en el aceite blanco. La solución del polímero cristalino debe en primer lugar absorber suficiente energía para provocar que el movimiento de la cadena molecular destruya la red original y rompa la disposición regular de la cadena molecular. Se ha encontrado que puede lograrse este efecto eliminando la mayor parte del etanol y manteniéndolo a 135-170°C durante 2,5-4,5 h.

40 Según un aspecto de la invención, el primer UHMWPE tiene un peso molecular promedio de viscosidad de $(2-6) \times 10^6$ g/mol, preferiblemente $(4-5) \times 10^6$ g/mol.

45 Más preferiblemente, la premezcla de suspensión de grafeno tiene una concentración de grafeno del 1-8% en peso, preferiblemente el 5% en peso, y una primera concentración de UHMWPE del 0,1-0,3% en peso, preferiblemente el 0,2% en peso.

Según un aspecto de la invención, el segundo UHMWPE tiene un peso molecular promedio de viscosidad de $(2-6) \times 10^6$ g/mol, preferiblemente $(4-5) \times 10^6$ g/mol.

50 Según un aspecto de la invención, el antioxidante es uno o una combinación de dos o más de antioxidante 1010, antioxidante 1076, antioxidante CA, antioxidante 164, antioxidante DNP, antioxidante DLTP o antioxidante TNP.

El antioxidante 1010 es una abreviatura de éster de pentaeritrol de tetrakis[ácido β -(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil) propanoico], un polvo fluido blanco con un punto de fusión de 120-125°C y baja toxicidad, que es un buen antioxidante. Este antioxidante se usa ampliamente en la resina de polipropileno como una clase de adyuvante con alta estabilidad

térmica y muy adecuado para su uso en condiciones de alta temperatura, y puede prolongar la vida útil del producto. Además, también puede usarse para la mayoría de las otras resinas.

5 El antioxidante 1076 es una abreviatura de β -(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato de octadecilo, un polvo cristalino blanco o amarillento con un punto de fusión de 50-55°C, que es no tóxico, insoluble en agua, pero soluble en disolventes tal como benceno, etano y ésteres. Este antioxidante puede usarse como antioxidante para resinas tal como polietileno, polipropileno, poliestireno, poli(cloruro de vinilo), poliamida, ABS y acrílico. Tiene las características de buena antioxidación, baja volatilidad y resistencia al lavado.

10 El antioxidante CA es una abreviatura de 1,1,3-tris(2-metil-4-hidroxi-5-terc-butilfenil)butano, un polvo cristalino blanco con un punto de fusión de 180~188°C y baja toxicidad, que es soluble en etanol, tolueno y acetato de etilo. Este antioxidante es adecuado para adyuvantes de antioxidación en resinas de polipropileno, polietileno, poli(cloruro de vinilo), ABS y poliamida, y puede usarse para alambres y cables en contacto con cobre.

15 El antioxidante 164 es un polvo cristalino de color blanco o amarillo claro o lámina que tiene un punto de fusión de 70°C y un punto de ebullición de aproximadamente 260°C y es no tóxico, se usa en una variedad de resinas y se usa ampliamente. Este antioxidante es más adecuado para su uso en resinas de materiales de moldeo de envases alimentarios (polipropileno, polietileno, poli(cloruro de vinilo), ABS, poliéster y poliestireno).

El antioxidante DNP es una abreviatura de N,N'-bis(β -naftil)p-fenilendiamina, un polvo de color gris claro con un punto de fusión de aproximadamente 230°C, que es fácilmente soluble en anilina y nitrobenzeno, pero insoluble en agua, y es adecuado para polietileno y polipropileno. La resina de ABS y poliestireno antiimpacto, además de tener un rendimiento antioxidante, tienen una mejor estabilidad térmica e inhiben la influencia del metal de cobre y manganeso.

20 El antioxidante DLTP es una abreviatura de tiodipropionato de dilaurilo, un polvo cristalino blanco con un punto de fusión de aproximadamente 40°C y baja toxicidad, que es insoluble en agua, pero soluble en benceno, tetracloruro de carbono. Este antioxidante se utiliza como antioxidante auxiliar para resinas de polietileno, polipropileno, ABS y poli(cloruro de vinilo), de manera que puede alterar la resistencia al calor y la resistencia a la oxidación del producto.

25 El antioxidante TNP es una abreviatura de fosfito de tris(nonilfenilo), un líquido viscoso de color amarillo claro con un punto de congelación por debajo de -5°C y un punto de ebullición mayor de 105°C, que es inodoro, no tóxico, insoluble en agua, pero soluble en etanol, benceno y tetracloruro de carbono. Este antioxidante es adecuado para resinas tales como poli(cloruro de vinilo), polietileno, polipropileno, poliestireno antiimpacto, ABS y poliéster.

30 Según un aspecto de la invención, en el método para preparar la mezcla de hilatura, la premezcla de fibra de vidrio y la premezcla de suspensión de grafeno se mezclan primero a alta velocidad en un emulsionador, y luego se añaden a una caldera de hinchamiento que contiene el segundo UHMWPE y el tercer aceite blanco, y luego se añade adicionalmente antioxidante para preparar la mezcla de hilatura.

Según un aspecto de la invención, en el método para preparar la mezcla de hilatura, el segundo UHMWPE:el tercer aceite blanco tiene una razón en masa de 6:94.

35 Según un aspecto de la invención, en el método para preparar la mezcla de hilatura, la fibra de vidrio es del 0,2-10% en peso, preferiblemente el 1-6% en peso basándose en la masa de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

Según un aspecto de la invención, en el método para preparar la mezcla de hilatura, el antioxidante se añade en una cantidad del 0,01-1% en peso, preferiblemente el 0,1-0,5% en peso basándose en la masa de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

40 Según un aspecto de la invención, el hinchamiento se lleva a cabo calentando hasta de 100°C a 140°C en una caldera de hinchamiento y manteniéndolo durante de 1 h a 3 h; preferiblemente hasta 110°C durante 2 h.

45 El propósito del hinchamiento es maximizar la penetración y difusión del disolvente en el interior del polímero. La penetración del disolvente puede debilitar la fuerte interacción entre las cadenas macromoleculares. Cuanto mayor sea el efecto de solvatación, más fácil es entrar en la fase de solución. Además, debido a que el polímero cristalino está en una fase termodinámicamente estable, las cadenas moleculares están dispuestas cerca, la interacción entre las cadenas moleculares es grande, y las moléculas de disolvente apenas pueden entrar en la región cristalina. Por lo tanto, con el fin de disolver el polímero cristalino, es necesario absorber suficiente energía para hacer que la cadena molecular se mueva lo suficiente como para destruir la red cristalina y romper la disposición regular de la cadena molecular. Por lo tanto, el UHMWPE necesita hincharse a una temperatura mayor de 100°C, y se disuelve cuando la temperatura es mayor. A 100-140°C, es más probable que el aceite blanco entre en el UHMWPE, especialmente a 110°C.

55 Según un aspecto de la invención, la extrusión se lleva a cabo utilizando una extrusora de doble husillo. La temperatura de extrusión se eleva gradualmente de desde 110°C hasta 243°C. Preferiblemente, la extrusora de doble husillo tiene una razón de aspecto de 68, y está compuesta por una sección de alimentación, una sección de calentamiento, una sección de solución y una sección de homo mezcla.

La cadena molecular de UHMWPE hinchado todavía mantiene un determinado número de puntos de enredo instantáneos, y la extrusión de temperatura gradual provoca que la macromolécula se disperse en la solución como una bobina completa, y los puntos de enredo se eliminan, mejorando así el efecto de solvatación del disolvente en el UHMWPE .

5 Según un aspecto de la invención, el enfriamiento se enfría mediante condensación de agua.

Según un aspecto de la presente invención, el método para preparar la fibra de polietileno de peso molecular ultra alto compuesta de grafeno utilizando el hilado en gel comprende: formar la fibra mediante estiramiento preliminar, extracción, secado y estiramiento ultracaliente del hilado en gel.

10 Preferiblemente, el estiramiento preliminar tiene una razón de estiramiento de 4,5 veces; el estiramiento ultracaliente utiliza un estiramiento ultracaliente de 3 fases, en donde la temperatura de estiramiento es de 140-146°C; la extracción adopta una máquina de extracción ultrasónica cerrada de múltiples fases en continuo y un dispositivo de alto estiramiento de extracción de hidrocarburos, y la temperatura de extracción es de 40°C; preferiblemente, la extracción adopta un proceso de rehidratación cuantitativa y descarga de líquido de múltiples fases de múltiples tanques para controlar el contenido de aceite después de la extracción del hilado en gel, y se añade un generador ultrasónico para la extracción completa, y se proporciona un controlador de temperatura del molde de circulación de agua para controlar de manera precisa la temperatura de la extracción, la diferencia de temperatura $\leq \pm 1^\circ\text{C}$, tasa de extracción $\geq 99\%$.

15 La presente invención también proporciona una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto, en donde la fibra comprende fibra de vidrio y grafeno, la fibra de vidrio tiene un contenido del 0,2-10% en peso de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto, y el grafeno tiene un contenido del 0,01-3% en peso de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

20 Según un aspecto de la invención, la fibra de vidrio representa el 1-6% en peso de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto, y el grafeno representa el 0,05% en peso de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

25 Según un aspecto de la invención, la fibra de vidrio tiene un diámetro de 3-10 μm , preferiblemente de 5-7 μm ; y/o la fibra de vidrio tiene una longitud promedio de 30-100 μm , preferiblemente de 50-70 μm ; y/o la fibra de vidrio tiene una longitud en el intervalo de 10-600 μm , preferiblemente 50-400 μm .

30 Según un aspecto de la invención, el grafeno es un polvo de grafeno que tiene una estructura de una única capa o de múltiples capas; más preferiblemente, el grafeno de estructura de una única capa o de múltiples capas tiene un diámetro de lámina de 0,5-5 μm y un grosor de 0,5-30 nm; más preferiblemente, el grafeno de estructura de una única capa o de múltiples capas tiene un área superficial específica de 200-1000 m^2/g .

Según un aspecto de la invención, el UHMWPE tiene un peso molecular promedio de viscosidad de $(2-6) \times 10^6$ g/mol, preferiblemente $(4-5) \times 10^6$ g/mol.

Según un aspecto de la invención, la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto se prepara según el método anterior.

35 **Breve descripción de los dibujos**

Se pretende que los dibujos proporcionen una comprensión adicional de la invención, y pretenden ser parte de la descripción de la invención. En los dibujos:

la figura 1 es una infiltración de gotitas de agua después de 5 segundos en la superficie de la fibra de vidrio que no está tratada con un agente de acoplamiento;

40 la figura 2 es una infiltración de gotitas de agua después de 5 segundos en la superficie de la fibra de vidrio que está tratada con un agente de acoplamiento;

la figura 3 es una infiltración de gotitas de aceite después de 5 segundos en la superficie de la fibra de vidrio que no está tratada con un agente de acoplamiento;

45 la figura 4 es una infiltración de gotitas de aceite después de 5 segundos en la superficie de la fibra de vidrio que está tratada con un agente de acoplamiento;

la figura 5 es una imagen de microscopio óptico (aumento de 5 veces) del hilado en gel, en donde la varilla es fibra de vidrio y las partículas negras son grafeno;

la figura 6 es una imagen de microscopio óptico (aumento de 10 veces) del hilado en gel, en donde la varilla es fibra de vidrio y las partículas negras son grafeno;

50 la figura 7 es una microtopografía SEM de la superficie externa de la fibra compuesta;

la figura 8 es una microtopografía SEM de la superficie externa de la fibra compuesta;

la figura 9 es una microtopografía SEM de la sección transversal de la fibra compuesta;

la figura 10 es una microtopografía SEM de la sección transversal de la fibra compuesta;

5 la figura 11 es un diagrama de flujo que muestra una realización de un método para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto descrita en la presente invención;

la figura 12 es un diagrama de flujo que muestra otra realización de un método para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto descrita en la presente invención;

la figura 13 es un diagrama de ruta de proceso específico en una realización de la presente invención;

la figura 14 es otro diagrama de ruta de proceso específico en una realización de la presente invención.

10 Descripción detallada

A continuación, solo se describen brevemente determinadas realizaciones a modo de ejemplo. Las realizaciones descritas pueden modificarse de diversas formas diferentes, tales como adiciones, eliminaciones, modificaciones, y similares, sin apartarse del espíritu y alcance de la invención. En consecuencia, los dibujos y la descripción se consideran a modo de ejemplo en lugar de de carácter limitado.

15 En la descripción de la presente invención, los términos "primer aceite blanco", "segundo aceite blanco" y "tercer aceite blanco" son todos aceites blancos, y "primero", "segundo" y "tercero" no son limitaciones para el aceite blanco en sí mismo, sino solo para distinguir las diferentes aplicaciones de los aceites blancos en el método de preparación de la presente invención.

20 En una realización específica de la presente invención, se proporciona un método para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto, que comprende: mezclar fibra de vidrio, suspensión de grafeno, polvo de UHMWPE y aceite blanco, hincharse hasta un estado fundido, enfriar a un hilado en gel, y finalmente formar una fibra a partir del hilado en gel.

25 Según una realización preferida de la invención, la fibra de vidrio representa el 0,2-10% en peso, tal como el 0,2% en peso, el 0,3% en peso, el 0,5% en peso, el 0,7% en peso, el 0,9% en peso, el 1% en peso, el 2% en peso, el 3% en peso, el 4% en peso, el 5% en peso, el 6% en peso, el 7% en peso, el 8% en peso, el 9% en peso, el 10% en peso, de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto. Preferiblemente, la fibra comprende fibra de vidrio, y la fibra de vidrio tiene un contenido del 1-6% en peso, por ejemplo, el 1% en peso, el 1,2% en peso, el 1,5% en peso, el 1,8% en peso, el 2% en peso, el 2,3% en peso, el 2,5 % en peso, el 3% en peso, el 3,5% en peso, el 3,7% en peso, el 4% en peso, el 4,5% en peso, el 4,8% en peso, el 5% en peso, el 5,1% en peso, el 5,5% en peso, el 5,7% en peso, el 6% en peso. La fibra de vidrio a la que se hace referencia en el presente documento se interpreta en sentido amplio, incluyendo fibra de vidrio estrechamente definida, así como fibra de vidrio tratada con algunos métodos de modificación. El grafeno representa el 0,01-3% en peso, tal como el 0,01% en peso, el 0,05% en peso, el 0,1% en peso, el 0,3% en peso, el 0,5% en peso, el 0,6% en peso, el 0,7% en peso, el 0,8% en peso, el 0,9% en peso, el 1% en peso, el 1,2% en peso, el 1,4% en peso, el 1,6% en peso, el 1,8% en peso, el 2% en peso, el 2,2% en peso, el 2,4% en peso, el 2,6% en peso, el 2,8% en peso, el 3% en peso; preferiblemente el 0,05% en peso, de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

35 En una realización de la presente invención, se proporciona un método 100 para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto, que comprende:

101: dispersar fibra de vidrio en un primer aceite blanco para obtener una premezcla de fibra de vidrio;

40 102: pretratar la suspensión de grafeno para obtener grafeno pretratado;

103: añadir el grafeno pretratado a un segundo aceite blanco, luego añadir un primer UHMWPE al segundo aceite blanco que contiene el grafeno pretratado, calentar la solución anterior hasta una primera temperatura, calentar la solución hasta una segunda temperatura después de que la solución no burbujeara, y mantener la segunda temperatura para obtener una premezcla de suspensión de grafeno;

45 104: mezclar la premezcla de fibra de vidrio, la premezcla de suspensión de grafeno, un segundo UHMWPE, un antioxidante y un tercer aceite blanco para obtener una mezcla de hilatura;

105: hinchar y mezclar la mezcla de hilatura para formar un estado fundido; extruir la mezcla de hilatura que estaba en estado fundido; luego enfriar para formar un hilado en gel; y

106: obtener la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto a partir del hilado en gel.

50 Cada proceso se describirá en detalle a continuación.

En 101:

5 La premezcla de fibra de vidrio contiene del 5-30% en peso, tal como 5% en peso, el 7% en peso, el 8% en peso, el 10% en peso, el 11% en peso, el 13% en peso, el 15% en peso, el 17% en peso, el 18% en peso, el 19% en peso, el 20% en peso, el 21% en peso, el 22% en peso, el 23% en peso, el 25% en peso, el 26% en peso, el 27% en peso, el 29% en peso, el 30% en peso, de fibra de vidrio. Como realización preferida, la premezcla de fibra de vidrio contiene del 10-25% en peso, tal como el 10% en peso, el 11% en peso, el 12% en peso, el 13,5% en peso, el 14% en peso, el 15% en peso, el 16% en peso, el 16,5% en peso, el 17% en peso, el 18% en peso, el 19% en peso, el 20% en peso, de fibra de vidrio. Como realización preferida, la premezcla de fibra de vidrio contiene el 25% en peso de fibra de vidrio.

10 La premezcla de fibra de vidrio se prepara específicamente vertiendo primero la fibra de vidrio en el primer aceite blanco y mezclando previamente, y luego agitando a alta velocidad con un emulsionador para formar una suspensión homogénea. El propósito de esto es: se fuerza la mezcla de fibra de vidrio y aceite blanco mediante acción mecánica a pasar a través de un hueco estrecho a alta velocidad. Bajo la acción de los efectos hidromecánicos, debido al gran gradiente de velocidad en el hueco estrecho entre el rotor y el estator creado por la alta velocidad tangencial generada por la rotación de alta velocidad del rotor, y la fuerte energía cinética creada por el efecto mecánico de alta frecuencia, se somete el material a una acción sintética de fuerte cizallamiento hidráulico, extrusión centrífuga, fricción de capa líquida, desgarrar por impacto y turbulencia y similares en el hueco entre el estator y el rotor, de manera que la fase sólida y la fase líquida incompatibles se dispersen homogénea y finamente y se homogenicen bajo la función del aditivo, y luego las partículas o gotitas de la fase dispersa se rompen para lograr el propósito de una emulsificación homogénea tras una circulación de alta frecuencia. La agitación a alta velocidad tiene una velocidad de agitación de 15 20 3000-10000 rpm, por ejemplo 3000 rpm, 3500 rpm, 3800 rpm, 4000 rpm, 4300 rpm, 4500 rpm, 5000 rpm, 5500 rpm, 6000 rpm, 6500 rpm, 6700 rpm, 7000 rpm, 7200 rpm, 7600 rpm, 8000 rpm, 8500 rpm, 9000 rpm, 10000 rpm; preferiblemente 3500 rpm. La agitación a alta velocidad puede tener un tiempo de agitación de 5-60 min, por ejemplo: 5 min, 8 min, 10 min, 11 min, 12 min, 15 min, 19 min, 20 min, 25 min, 30 min, 33 min, 35 min, 40 min, 45 min, 47 min, 50 min, 55 min, 60 min. El tiempo de agitación es preferiblemente de 10 min-30 min, por ejemplo: 10 min, 11 min, 25 12 min, 13 min, 15 min, 16 min, 18 min, 20 min, 22 min, 23 min, 25 min, 27 min, 28 min, 30 min; de manera óptima 15 min. La fibra de vidrio tiene un diámetro de 3-10 μm , por ejemplo: 3 μm , 4 μm , 5 μm , 6 μm , 7 μm , 8 μm , 9 μm , 10 μm ; preferiblemente 5-7 μm , por ejemplo: 5 μm , 5,5 μm , 5,7 μm , 6 μm , 6,2 μm , 6,5 μm , 6,8 μm , 7 μm . La fibra de vidrio tiene una longitud promedio de 30-100 μm , por ejemplo: 30 μm , 32 μm , 35 μm , 40 μm , 45 μm , 48 μm , 50 μm , 55 μm , 59 μm , 60 μm , 65 μm , 70 μm , 75 μm , 80 μm , 82 μm , 85 μm , 88 μm , 90 μm , 95 μm , 100 μm ; preferiblemente de 50-70 μm , por ejemplo: 50 μm , 52 μm , 53 μm , 55 μm , 57 μm , 59 μm , 60 μm , 61 μm , 63 μm , 65 μm , 66 μm , 68 μm , 70 μm . La fibra de vidrio tiene una longitud en el intervalo de 10 a 600 μm , por ejemplo, 10-500 μm , 20-550 μm , 50-200 μm , 30-60 μm , 35-150 μm , 40-400 μm , 60-300 μm , 55-350 μm , 80-150 μm ; preferiblemente de 50-400 μm , por ejemplo: 50-300 μm , 60-200 μm , 60-400 μm , 50-100 μm , 70-150 μm .

En 102:

35 El pretratamiento de la suspensión de grafeno es el siguiente: la suspensión de grafeno se tritura hasta un tamaño de partícula de grafeno de $D_{99} < 7 \mu\text{m}$, y se filtra para obtener un residuo de filtro de grafeno, obteniendo así el grafeno pretratado.

40 Como realización preferida, la suspensión de grafeno es una mezcla de grafeno-etanol anhidro, en donde la concentración de grafeno es del 1-8% en peso, por ejemplo: el 1% en peso, el 2% en peso, el 3% en peso, el 4% en peso, el 5% en peso, el 6% en peso, el 7% en peso, el 8% en peso; más preferiblemente el 5% en peso.

45 El grafeno es un polvo de grafeno que tiene una estructura de una única capa o múltiples capas; preferiblemente, el grafeno que tiene una estructura de una única capa o múltiples capas tiene un diámetro de lámina de 0,5 a 5 μm , por ejemplo, 0,5 μm , 1 μm , 1,5 μm , 2 μm , 2,5 μm , 3 μm , 3,5 μm , 4 μm , 4,5 μm , 5 μm ; un grosor de 0,5 a 30 nm, por ejemplo: 0,5 nm, 5 nm, 10 nm, 15 nm, 20 nm, 25 nm, 30 nm; más preferiblemente, el grafeno de estructura de una única capa o múltiples capas tiene un área superficial específica de 200-1000 m^2/g , por ejemplo: 200 m^2/g , 300 m^2/g , 400 m^2/g , 500 m^2/g , 600 m^2/g , 700 m^2/g , 800 m^2/g , 900 m^2/g , 1000 m^2/g .

50 Como realización preferida, la molienda se realiza mediante un molino de arena con un tiempo de molienda de 3-4 h. Más preferiblemente, el medio de molienda puede ser perlas de circonia cuando se realiza la molienda. Preferiblemente, las perlas de circonia pueden tener un diámetro de partícula de 0,6-0,8 mm; el molino de arena puede tener una velocidad de rotación de 1500-2800 rpm, por ejemplo: 1500 rpm, 1600 rpm, 1700 rpm, 1800 rpm, 1900 rpm, 2000 rpm, 2100 rpm, 2200 rpm, 2300 rpm, 2400 rpm, 2500 rpm, 2600 rpm, 2700 rpm, 2800 rpm; la filtración se filtró mediante filtración por succión para eliminar la mayor parte del etanol anhidro.

En 103:

55 El método de preparación de la premezcla de suspensión de grafeno es: añadir el grafeno pretratado al segundo aceite blanco, y añadir el primer UHMWPE al segundo aceite blanco que contiene el grafeno pretratado bajo agitación a alta velocidad, calentar la solución anterior hasta la primera temperatura; después de que no se burbujeara la solución, calentar la solución hasta la segunda temperatura y mantener la segunda temperatura.

La agitación a alta velocidad tiene una velocidad de agitación de 1800-2000 rpm; la agitación a alta velocidad tiene un tiempo de agitación de 5-20 min, por ejemplo: 5 min, 8 min, 11 min, 14 min, 17 min, 20 min; preferiblemente 10 min. La primera temperatura es de 80-90°C, por ejemplo: 80°C, 81°C, 82°C, 83°C, 84°C, 85°C, 86°C, 87°C, 88°C, 89°C, 90°C. La segunda temperatura es de 135-170°C, por ejemplo: 135°C, 140°C, 145°C, 150°C, 155°C, 160°C, 165°C, 170°C; preferiblemente 150°C. Tras el calentamiento hasta la segunda temperatura, la temperatura se mantiene durante 2,5-4,5 h, por ejemplo: 2,5 h, 2,7 h, 2,9 h, 3 h, 3,1 h, 3,3 h, 3,5 h, 3,7 h, 3,9 h, 4,1 h, 4,3 h, 4,5 h; preferiblemente 3 h.

Según una realización preferida de la presente invención, el primer UHMWPE puede tener un peso molecular promedio de viscosidad de $(2-6) \times 10^6$ g/mol, por ejemplo: 2×10^6 g/mol, 3×10^6 g/mol, 4×10^6 g/mol, 5×10^6 g/mol, 6×10^6 g/mol; preferiblemente $(4-5) \times 10^6$ g/mol.

Según una realización preferida de la presente invención, la premezcla de suspensión de grafeno tiene una concentración de grafeno del 1-8% en peso, por ejemplo: el 1% en peso, el 2% en peso, el 3% en peso, el 4% en peso, el 5% en peso, el 6% en peso, el 7% en peso, el 8% en peso, preferiblemente el 5% en peso; y el primer UHMWPE tiene una fracción másica del 0,1-0,3% en peso, preferiblemente el 0,2% en peso.

En 104:

En el método para preparar la mezcla de hilatura, la premezcla de fibra de vidrio y la premezcla de suspensión de grafeno se mezclan primero a alta velocidad en un emulsionador, y luego se añaden a una caldera de hinchamiento que contiene el segundo UHMWPE y el tercer aceite blanco, y luego se añade el antioxidante para preparar la mezcla de hilatura.

En la preparación de la mezcla de hilatura, el segundo UHMWPE:el tercer aceite blanco tiene una razón en masa de 6:94.

La cantidad de la premezcla de fibra de vidrio es tal que la fibra de vidrio es el 0,2-10% en peso, como el 0,2% en peso, el 0,3% en peso, el 0,5% en peso, el 0,7% en peso, el 0,9% en peso, el 1% en peso, el 2% en peso, el 3% en peso, el 4% en peso, el 5% en peso, el 6% en peso, el 7% en peso, el 8% en peso, el 9% en peso, el 10% en peso; preferiblemente el 1-6% en peso, tal como el 1% en peso, el 1,2% en peso, el 1,5% en peso, el 1,8% en peso, el 2% en peso, el 2,3% en peso, el 2,5% en peso, el 3% en peso, el 3,5% en peso, el 3,7% en peso, el 4% en peso, el 4,5% en peso, el 4,8% en peso, el 5% en peso, el 5,1% en peso, el 5,5% en peso, el 5,7% en peso, el 6% en peso, de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto. La fibra de vidrio a la que se hace referencia en el presente documento se interpreta en un sentido amplio, que incluye fibra de vidrio estrechamente definida, así como fibra de vidrio tratada con algunos métodos de modificación.

La cantidad de premezcla de suspensión de grafeno es tal que el grafeno representa el 0,01-3% en peso, tal como el 0,01% en peso, el 0,05% en peso, el 0,1% en peso, el 0,3% en peso, el 0,5% en peso, el 0,6% en peso, el 0,7% en peso, el 0,8% en peso, el 0,9% en peso, el 1% en peso, el 1,2% en peso, el 1,4% en peso, el 1,6% en peso, el 1,8% en peso, el 2% en peso, el 2,2% en peso, el 2,4% en peso, el 2,6% en peso, el 2,8% en peso, el 3% en peso; preferiblemente el 0,05% en peso, de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

El antioxidante se usa en una cantidad tal que el antioxidante representa el 0,01-1% en peso, tal como el 0,01% en peso, el 0,02% en peso, el 0,05% en peso, el 0,07% en peso, el 0,09% en peso, el 0,1% en peso, el 0,11% en peso, el 0,13% en peso, el 0,15% en peso, el 0,18% en peso, el 0,19% en peso, el 0,2% en peso, el 0,25% en peso, el 0,3% en peso, el 0,4% en peso, el 0,5% en peso, el 0,55% en peso, el 0,6% en peso, el 0,65% en peso, el 0,7% en peso, el 0,8% en peso, el 0,88% en peso, el 0,9% en peso, el 1% en peso; preferiblemente el 0,1-0,5% en peso, tal como el 0,1% en peso, el 0,12% en peso, el 0,13% en peso, el 0,15% en peso, el 0,17% en peso, el 0,2% en peso, el 0,23% en peso, el 0,25% en peso, el 0,26% en peso, el 0,28% en peso, el 0,3% en peso, el 0,33% en peso, el 0,35% en peso, el 0,4% en peso, el 0,42% en peso, el 0,45% en peso, el 0,48% en peso, el 0,5% en peso, de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

El segundo UHMWPE puede tener un peso molecular promedio de viscosidad de $(2-6) \times 10^6$ g/mol, por ejemplo: 2×10^6 g/mol, 3×10^6 g/mol, 4×10^6 g/mol, 5×10^6 g/mol, 6×10^6 g/mol; preferiblemente $(4-5) \times 10^6$ g/mol.

El antioxidante puede ser uno o una combinación de dos o más de antioxidante 1010, antioxidante 1076, antioxidante CA, antioxidante 164, antioxidante DNP, antioxidante DLTP o antioxidante TNP.

En 105:

La mezcla de hilatura se hincha y se mezcla para formar un estado fundido, y la mezcla de hilatura en estado fundido se extruye y se enfría para formar un hilado en gel. En donde se lleva a cabo el hinchamiento calentando hasta 100-140°C en una caldera de hinchamiento, por ejemplo calentando hasta 100°C, 105°C, 110°C, 115°C, 120°C, 125°C, 130°C, 135°C, 140°C. Mantener a esta temperatura durante 1-3 h. Como realización preferida, se lleva a cabo el hinchamiento calentando hasta 110°C en una caldera de hinchamiento durante 2 h. El propósito del hinchamiento es maximizar la penetración y difusión del disolvente en el interior del polímero. La penetración del disolvente puede debilitar la fuerte interacción entre las cadenas macromoleculares. Cuanto más efecto de solvatación, más fácil es

5 entrar en la fase de solución. Además, debido a que el polímero cristalino está en una fase termodinámicamente estable, las cadenas moleculares están dispuestas cerca, la interacción entre las cadenas moleculares es grande, y las moléculas de disolvente apenas pueden entrar en la región cristalina. Por lo tanto, con el fin de disolver el polímero cristalino, es necesario absorber suficiente energía para hacer que la cadena molecular se mueva lo suficiente como para destruir la red cristalina y romper la disposición regular de la cadena molecular. Por lo tanto, el UHMWPE necesita hincharse a una temperatura mayor de 100°C, y se disuelve cuando la temperatura es más alta. A 100-140°C, es más probable que el aceite blanco entre en el UHMWPE, especialmente a 110°C.

10 La extrusión se lleva a cabo utilizando una extrusora de doble husillo. La temperatura de extrusión se eleva gradualmente desde 110°C hasta 243°C. Preferiblemente, la extrusora de doble husillo tiene una razón de aspecto de 68, y está compuesta por una sección de alimentación, una sección de calentamiento, una sección de solución y una sección de homo mezcla. La cadena molecular de UHMWPE hinchado todavía mantiene un determinado número de puntos de enredo instantáneo, y la extrusión de temperatura gradual provoca que la macromolécula se disperse en la solución como una bobina completa, y los puntos de enredo se eliminan, mejorando así el efecto de solvatación del disolvente en UHMWPE .

15 El enfriamiento se enfría mediante condensación con agua.

En 106:

20 El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto utilizando el hilado en gel es el siguiente: la fibra compuesta se obtiene mediante estiramiento preliminar, extracción, secado y estiramiento ultracaliente del hilado en gel. En donde el estiramiento preliminar tiene una razón de estiramiento de 4,5 veces, y el estiramiento ultracaliente utiliza un estiramiento ultracaliente de 3 fases, en donde la temperatura de estiramiento es de 140-146°C, por ejemplo, 140°C, 141°C, 142°C, 143°C, 145°C, 146°C.

25 La extracción adopta una máquina de extracción ultrasónica cerrada continua de múltiples fases y un dispositivo de alto estiramiento de extracción de hidrocarburos, y la temperatura de extracción es de 40°C; como forma de realización preferida, la extracción adopta un proceso de rehidratación cuantitativa y descarga de líquido de múltiples tanques de múltiples fases para controlar el contenido de aceite tras la extracción del hilado en gel, y se añade un generador ultrasónico para una extracción completa, y se proporciona un controlador de temperatura del molde de circulación de agua para controlar de manera precisa la temperatura de la extracción, la diferencia de temperatura $\leq \pm 1^\circ\text{C}$, tasa de extracción $\geq 99\%$.

30 En otra realización de la presente invención, se proporciona un método 200 para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto, que comprende:

201: pretratar la fibra de vidrio para obtener fibra de vidrio pretratada;

202: dispersar la fibra de vidrio pretratada en un primer aceite blanco para obtener una premezcla de fibra de vidrio;

203: pretratar la suspensión de grafeno para obtener grafeno pretratado;

35 204: añadir grafeno pretratado a un segundo aceite blanco, luego añadir un primer UHMWPE a un segundo aceite blanco que contiene el grafeno pretratado, calentar la solución hasta una primera temperatura, después de que la solución no burbujeara, calentar la solución hasta una segunda temperatura y mantener la segunda temperatura para obtener una premezcla de suspensión de grafeno;

205: mezclar la premezcla de fibra de vidrio, la premezcla de suspensión de grafeno, un segundo UHMWPE, un antioxidante y un tercer aceite blanco para obtener una mezcla de hilatura;

40 206: hinchar y mezclar la mezcla de hilatura para formar un estado fundido; extruir la mezcla de hilatura que estaba en estado fundido; luego enfriar para formar un hilado en gel; y

207: obtener la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto a partir del hilado en gel.

45 El método 200 descrito en esta realización es sustancialmente el mismo que el método 100 para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto, y la diferencia es la adición de un proceso de pretratamiento de fibra de vidrio, en el que la fibra de vidrio se trata previamente con un agente de acoplamiento antes de la preparación de la premezcla de fibra de vidrio. El proceso de expansión 201 se describirá a continuación.

50 En 201, el método de tratamiento específico es el siguiente: el agente de acoplamiento se disuelve en etanol anhidro y luego se añade la fibra de vidrio para mezclarla de manera homogénea, sumergirla, secarla, triturarla, y filtrarla con malla 100. El agente de acoplamiento se añade en una cantidad del 0,01-10%, tal como el 0,01%, el 0,02%, el 0,05%, el 0,07%, el 0,1%, el 0,2%, el 0,3%, el 0,5%, el 0,6%, el 0,9%, el 1%, el 2%, el 3%, el 4%, el 5%, el 7%, el 8%, el 10%, en peso de la masa total de la fibra de vidrio. Como realización preferida de la presente realización, el agente de acoplamiento se añade en una cantidad del 0,2%-5%, tal como el 0,2%, el 0,3%, el 0,4%, el 0,5%, el 0,6%, el 0,7%, el 0,8%, el 0,9%, el 1%, el 1,5%, el 2%, el 3%, el 4%, el 5%, en peso de la masa total de la fibra de vidrio. El tiempo de inmersión de la fibra de vidrio en la solución de etanol de agente de acoplamiento es de 10 min-5 h, por ejemplo:

10 min, 20 min, 30 min, 40 min, 50 min, 1 h, 1,5 h, 2 h, 2,5 h, 3 h, 3,5 h, 4 h, 4,5 h, 5 h. Como realización preferida de la presente realización, el tiempo de inmersión de la fibra de vidrio en la solución de etanol de agente de acoplamiento es de 30 min-2 h, por ejemplo: 30 min, 40 min, 45 min, 50 min, 60 min, 70 min, 80 min, 90 min, 100 min, 120 min. La temperatura de secado es de 50°C-180°C, por ejemplo: 50°C, 60°C, 70°C, 80°C, 90°C, 100°C, 110°C, 120°C, 130°C, 140°C, 150°C, 160°C, 170°C, 180°C. Como realización preferida de la presente realización, la temperatura de secado es 80°C-130°C, por ejemplo: 80°C, 85°C, 90°C, 95°C, 100°C, 105°C, 110°C, 115°C, 120°C, 125°C, 130°C. El tiempo de secado es de 1 h-6 h, por ejemplo: 1 h, 2 h, 2,5 h, 3 h, 3,5 h, 4 h, 5 h, 6 h. Como realización preferida de la presente realización, el tiempo de secado es de 2 h-3 h.

Según una realización de la presente invención, el agente de acoplamiento puede ser uno o una mezcla de dos o más agentes de acoplamiento de silano. En los agentes de acoplamiento de silano se usan uno o una mezcla de dos o más de A-150, A-151, A-171, KH-550, KH-560, KH-570, KH-580, KH-590, KH-902 o KH-792. Las calidades de los agentes de acoplamiento de silano son A-150, A-151, A-171, KH-550, KH-560, KH-570, KH-580, KH-590, KH-902 o KH-792, y el rendimiento de las diferentes calidades de agentes de acoplamiento es diferente. Estas calidades son calidades reconocidas internacionalmente. Un agente de acoplamiento de silano es una clase de compuesto de organosilicio de bajo peso molecular con estructura especial, y su fórmula general es $RSiX_3$, en donde R representa un grupo funcional reactivo que tiene afinidad o reactividad con una molécula de polímero, tal como un grupo oxilo, vinilo, epoxi, amida, aminopropilo; X representa un grupo alcoxilo capaz de hidrolizarse, tal como halógeno, alcoxilo, aciloxilo. Durante el acoplamiento, el grupo X se transforma primero en un silanol, y luego se hace reaccionar con un grupo hidroxilo en la superficie de las partículas de polvo inorgánico para formar un enlace de hidrógeno y luego se condensa en un enlace covalente $-SiO-M$ (M representa la superficie de las partículas de polvo inorgánico). Al mismo tiempo, el silanol de cada molécula del silano se asocian entre sí para formar una película de estructura de red que cubre la superficie de las partículas de polvo para organicizar la superficie del polvo inorgánico. El agente de acoplamiento A-150 es triclorosilano de vinilo, un líquido incoloro, soluble en un disolvente orgánico, y fácilmente hidrolizado y alcoholizado. El agente de acoplamiento A-150 tiene una fórmula molecular de $CH_2=CHSiCl_3$, un peso molecular de 161,5, un punto de ebullición de 90,6°C y una densidad de 1,265 g/cm³, que es adecuado para agentes de tratamiento superficial de fibra de vidrio y agentes de tratamiento laminado de plástico reforzado. El agente de acoplamiento A-151 es trietoxisilano de vinilo con una fórmula molecular de $CH_2=CHSi(OCH_2CH_3)_3$, soluble en disolventes orgánicos, insoluble en agua de pH = 7, adecuado para polímeros tal como como polietileno, polipropileno, poliéster insaturado, así como fibra de vidrio, plástico, vidrio, cable, cerámicos, etc. El agente de acoplamiento A-171 es trimetoxisilano de vinilo con una fórmula molecular de $CH_2=CHSi(OCH_3)_3$, un líquido transparente incoloro con una densidad de 0,95-0,99 g/cm³, un índice de refracción de 1,38-1,40 y un punto de ebullición de 123°C. Tiene las funciones de agente de acoplamiento y agente de reticulación, y es adecuado para polímeros tal como polietileno, polipropileno, poliéster insaturado, y se usa comúnmente en fibra de vidrio, plástico, vidrio, cable, cerámica, caucho, etc. El agente de acoplamiento KH-550 es γ -aminopropiltriethoxisilano, que corresponde a la calidad A-1100 (EE. UU.), tiene una densidad de 0,942 g/ml, un punto de fusión de -70°C, un punto de ebullición de 217°C, un índice de refracción de 1,42-1,422, y un punto de inflamación de 96°C. Se aplica a resinas termoplásticas y termoendurecibles rellenas de minerales tales como fenólica, poliéster, epoxi, PBT, poliamida, carbonato, que pueden mejorar en gran medida las propiedades físicas y mecánicas, tal como la resistencia a la flexión en seco-mojado, resistencia a la compresión, y resistencia a la cizalladura y las propiedades eléctricas en mojado de los plásticos reforzados, y mejoran la humectabilidad y dispersabilidad de la carga en el polímero. El agente de acoplamiento KH-560 es γ -glicidoxipropiltrimetoxisilano, que corresponde a la calidad A-187 (GE), y se usa comúnmente en masillas y sellantes de sulfuro múltiple y poliuretano, adhesivos de resina epoxi, resinas termoendurecibles rellenas o reforzadas, fibras de vidrio o resinas termoplásticas reforzadas con vidrio. El agente de acoplamiento KH-570 es metacriloxisilano, que corresponde a la calidad A-174 (GE), y la apariencia es un líquido transparente incoloro o amarillento, que es soluble en acetona, benceno, éter, tetracloruro de carbono y reacciona con agua. Este agente de acoplamiento tiene un punto de ebullición de 255°C, una densidad de 1,04 g/ml, un índice de refracción de 1,429 y un punto de inflamación de 88°C, que se utiliza principalmente para resinas de poliéster insaturado, y también para polibuteno, polietileno y monómero de etileno propileno dieno. El agente de acoplamiento KH-580 es γ -mercaptopropiltriethoxisilano, que corresponde a la calidad A-1891 (EE. UU.), un líquido transparente incoloro con un olor especial, y es fácilmente soluble en varios disolventes tales como etanol, acetona, benceno y tolueno. Este agente de acoplamiento es insoluble en agua, pero es propenso a la hidrólisis cuando se pone en contacto con agua o humedad, y tiene un punto de ebullición de 82,5°C, una gravedad específica de 1,000 (20°C), un punto de inflamación de 87°C y un peso molecular de 238. El agente de acoplamiento KH-590 es γ -mercaptopropiltrimetoxisilano, que corresponde a la calidad A-189 (EE. UU.), tiene un peso molecular de 196,3399, una densidad de 1,057 g/ml, un punto de ebullición de 213-215°C, un índice de refracción de 1,441-1,443 y un punto de inflamación de 88°C, y a menudo se usa como agente de tratamiento de fibra de vidrio y agente de reticulación. El agente de acoplamiento KH-792 es N- β -(aminoetil)- γ -aminopropiltrimetoxisilano con fórmula molecular $NH_2(CH_2)_2NH(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$, tiene un peso molecular de 222, una densidad de 1,010-1,030 g/ml, un punto de ebullición de 259°C, un índice de refracción de 1,4425-1,4460 y un punto de inflamación de 138°C, y es soluble en disolventes orgánicos. El agente de acoplamiento KH-902 es γ -aminopropilmetildietoxisilano con fórmula molecular $NH_2(CH_2)_3SiCH_3(OC_2H_5)_2$, tiene un peso molecular de 191,34, una densidad de 0,9160 \pm 0,0050 g/ml, un punto de ebullición de 85-88°C/1,07 KPa y un índice de refracción de 1,4270 \pm 0,0050, y es adecuado para la mayoría de los materiales orgánicos e inorgánicos.

En otra realización de la presente invención, se proporciona una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto en la que están contenidas fibra de vidrio y grafeno, y la fibra de vidrio tiene un contenido del 0,2-10% en

5 peso, por ejemplo: el 0,2% en peso, el 0,3% en peso, el 0,5% en peso, el 0,7% en peso, el 0,9% en peso, el 1% en peso, el 2% en peso, el 3% en peso, el 4% en peso, el 5% en peso, el 6% en peso, el 7% en peso, el 8% en peso, el 9% en peso, el 10% en peso; preferiblemente del 1 al 6% en peso, por ejemplo: el 1% en peso, el 1,2% en peso, el 1,5% en peso, el 1,8% en peso, el 2% en peso, el 2,3% en peso, el 2,5% en peso, el 3% en peso, el 3,5% en peso, el 3,7% en peso, el 4% en peso, el 4,5% en peso, el 4,8% en peso, el 5% en peso, el 5,1% en peso, el 5,5% en peso, el 5,7% en peso, el 6% en peso. El grafeno representa del 0,01% en peso al 3% en peso, tal como el 0,01% en peso, el 0,05% en peso, el 0,1% en peso, el 0,3% en peso, el 0,5% en peso, el 0,6% en peso, el 0,7% en peso, el 0,8% en peso, el 0,9% en peso, el 1% en peso, el 1,2% en peso, el 1,4% en peso, el 1,6% en peso, el 1,8% en peso, el 2% en peso, el 2,2% en peso, el 2,4% en peso, el 2,6% en peso, el 2,8% en peso, el 3% en peso, preferiblemente el 0,05% en peso, de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto. La fibra de vidrio a la que se hace referencia en el presente documento se interpreta en un sentido amplio, que incluye fibra de vidrio estrechamente definida, así como fibra de vidrio tratada con algunos métodos de modificación.

10 Según una realización preferida de la presente invención, la fibra de vidrio tiene un diámetro de 3-10 μm , por ejemplo: 3 μm , 4 μm , 5 μm , 6 μm , 7 μm , 8 μm , 9 μm , 10 μm ; preferiblemente 5-7 μm , por ejemplo: 5 μm , 5,5 μm , 5,7 μm , 6 μm , 6,2 μm , 6,5 μm , 6,8 μm , 7 μm . La fibra de vidrio tiene una longitud promedio de 30-100 μm , por ejemplo: 30 μm , 32 μm , 35 μm , 40 μm , 45 μm , 48 μm , 50 μm , 55 μm , 59 μm , 60 μm , 65 μm , 70 μm , 75 μm , 80 μm , 82 μm , 85 μm , 88 μm , 90 μm , 95 μm , 100 μm ; preferiblemente 50-70 μm , por ejemplo: 50 μm , 52 μm , 53 μm , 55 μm , 57 μm , 59 μm , 60 μm , 61 μm , 63 μm , 65 μm , 66 μm , 68 μm , 70 μm . La fibra de vidrio tiene una longitud en el intervalo de 10 a 600 μm , por ejemplo, 10-500 μm , 20-550 μm , 50-200 μm , 30-60 μm , 35-150 μm , 40-400 μm , 60-300 μm , 55-350 μm , 80-150 μm ; preferiblemente 50-400 μm , por ejemplo: 50-300 μm , 60-200 μm , 60-400 μm , 50-100 μm , 70-150 μm .

15 Según una realización preferida de la presente invención, el grafeno puede usar un polvo de grafeno que tiene una estructura de una única capa o capas múltiples. Preferiblemente, la estructura de grafeno de una única capa o capas múltiples puede tener un diámetro de lámina de 0,5-5 μm , por ejemplo: 0,5 μm , 1 μm , 1,5 μm , 2 μm , 2,5 μm , 3 μm , 3,5 μm , 4 μm , 4,5 μm , 5 μm ; y un grosor de 0,5-30 nm, por ejemplo: 0,5 nm, 5 nm, 10 nm, 15 nm, 20 nm, 25 nm, 30 nm. Más preferiblemente, el grafeno de estructura de una única capa o capas múltiples tiene un área superficial específica de 200-1000 m^2/g , por ejemplo: 200 m^2/g , 300 m^2/g , 400 m^2/g , 500 m^2/g , 600 m^2/g , 700 m^2/g , 800 m^2/g , 900 m^2/g , 1000 m^2/g .

20 Según una realización preferida de la presente invención, el UHMWPE puede tener un peso molecular promedio de viscosidad de $(2-6)\times 10^6$ g/mol, por ejemplo: 2×10^6 g/mol, 3×10^6 g/mol, 4×10^6 g/mol, 5×10^6 g/mol, 6×10^6 g/mol; preferiblemente $(4-5)\times 10^6$ g/mol.

25 En otra realización de la presente invención, se proporciona una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto, que se prepara mediante el método proporcionado por las dos realizaciones de método anteriores.

30 En el método de preparación descrito por la invención, se mezcla líquido-líquido (premezcla de fibra de vidrio y premezcla de suspensión de grafeno), y luego se hincha junto con UHMWPE en aceite blanco, y luego se convierte en un hilado en gel. La tecnología de hilatura adopta la tecnología más simple de la tradición, y los requisitos de equipo no son altos. La resistencia al corte de la fibra de UHMWPE compuesta de grafeno obtenida mediante este método obviamente se mejora. Además, el método de la invención también aplica el agente de acoplamiento a la fibra de vidrio para tratamiento de injerto para obtener una fibra de vidrio injertada, y luego que se usa para llenar y modificar el UHMWPE, y luego el grafeno se añade a la misma para potenciar. Por lo tanto, el método de la presente invención no solo puede resolver el problema de la poca dispersión de la fibra de vidrio en el caso de una alta viscoelasticidad del polietileno de peso molecular ultra alto, sino que también mejora eficazmente la resistencia al corte de la fibra de UHMWPE sobre la base de garantizar la flexibilidad del hilo.

35 La invención adopta una mezcla de grafeno-etanol anhidro como precursor, y en primer lugar se tritura para hacer que el tamaño de partícula de grafeno alcance $D_{99} < 7 \mu\text{m}$, y luego se mezcla previamente con una pequeña cantidad de UHMWPE en aceite blanco, en donde la pequeña cantidad de UHMWPE está como agente dispersante. El grafeno se dispersa homogéneamente en el aceite blanco para obtener una premezcla de suspensión de grafeno. En la preparación de la mezcla de hilatura, la premezcla de suspensión de grafeno y la premezcla de fibra de vidrio se mezclan en primer lugar para dispersar homogéneamente el grafeno y la fibra de vidrio en la pequeña cantidad de matriz de UHMWPE, y el grafeno se recubre en la superficie de la fibra de vidrio, mejorando así eficazmente la dispersión del grafeno en la mezcla de hilatura. Durante el proceso de hinchamiento, una pequeña cantidad de UHMWPE conectada a la fibra de vidrio recubierta de grafeno y una gran cantidad de UHMWPE en la dispersión se hinchan simultáneamente, y la fibra de vidrio recubierta con grafeno se entrelaza homogéneamente en el UHMWPE hinchado. Por lo tanto, el grafeno en la fibra resultante es muy homogéneo, y la viscosidad de la mezcla de hilatura es pequeña, la eficacia de la hilatura es mayor, el orificio no se bloquea fácilmente, y se evita el problema de añadir grafeno para aumentar la viscosidad de la mezcla de hilatura.

40 En el método descrito por la invención, la fibra de vidrio obtenida por el método de tratamiento de superficie del agente de acoplamiento es excelente en resistencia a la abrasión, y es más compatible con el UHMWPE y el disolvente oleoso, que mejora la dispersión homogénea de la fibra de vidrio en la fibra de UHMWPE. En comparación con la fibra de vidrio sin tratar, la fibra de vidrio modificada por el agente de acoplamiento tiene una mejora significativa de sus propiedades lipófilas e hidrófobas (véase las figuras 1-4).

El hilado en gel preparado por el método de la invención puede observarse mediante el microscopio óptico, y puede verse que el grafeno y la fibra de vidrio se dispersan homogéneamente en el hilado en gel, y no hay presente gran aglomeración, que pueda reflejar la dispersión de ellos en la fibra compuesta final (véanse las figuras 5-6). Además, a partir de la micrografía electrónica de la superficie externa de la fibra compuesta, puede verse que los hilos de la fibra compuesta tienen un grosor uniforme, en donde la fibra de vidrio está enredada con la matriz polimérica, y está estrechamente ajustada con ella, y por lo tanto tiene buena compatibilidad (véanse las figuras 7-8). La sección transversal de la fibra se preparó usando un proceso de molienda de iones a temperatura ultrabaja, véanse las figuras 9-10. A partir de la sección transversal, puede verse que el sustrato de polietileno de peso molecular ultra alto está firmemente envuelto con fibra de vidrio, que forma un enlace de interfaz efectivo y firme. Esto se debe a que las moléculas de cadena larga (grupos éster acilo, grupos alquilo de cadena larga, etc.) que tienen un grupo organófilo estable en la superficie de la fibra de vidrio modificada. Puede difundirse y disolverse en la interfaz del polímero, enredarse y reaccionar con el polímero y, por lo tanto, tener una buena compatibilidad con la matriz polimérica, mejorando así la humectabilidad entre la fibra y el polietileno, y mejorando la resistencia de la unión interfásica entre las interfaces.

Además, el nuevo proceso adoptado por la invención no cambia el proceso tradicional de hilado en gel, y el proceso de preparación es simple, y el coste de producción solo aumenta el proceso de modificación oleófila de fibra de vidrio, y el rendimiento de costes es alto.

Los ejemplos preferidos de la presente invención se describen a continuación junto con los dibujos adjuntos. Debe entenderse que los ejemplos preferidos descritos en el presente documento solo se usan para ilustrar y explicar la presente invención y no pretenden limitar la presente invención.

El grafeno usado en los siguientes ejemplos es un polvo de grafeno que tiene una estructura de una única capa o múltiples capas, que tiene un diámetro de lámina de 0,5-5 μm , un grosor de 0,5-30 nm, y un área superficial específica de 200 a 1000 m^2/g .

Ejemplo 1:

Tal como se muestra en la figura 13, se proporciona un método para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

1) Pretratamiento de fibra de vidrio

Se disolvieron 0,03 kg de agente de acoplamiento de silano KH-550 en etanol anhidro, luego se añadieron 3 kg de fibra de vidrio (que tenía un diámetro de 5-7 μm , una longitud de 50-400 μm , una longitud promedio de 70 μm) para mezclar de manera homogénea, en el que KH-550 representaba el 1% en peso de la fibra de vidrio. Después de 30 minutos de inmersión, la fibra de vidrio se secó a 120°C durante 2 h, y se trituró y se filtró con malla 100 para su uso posterior.

2) Preparación de premezcla de fibra de vidrio

Se vertió la fibra de vidrio tratada en 9 kg de aceite blanco (la concentración de fibra de vidrio es del 25%) para mezclar, y luego se agitó a alta velocidad durante 15 minutos con un emulsionador a una velocidad de 3500 rpm.

3) Pretratamiento de suspensión de grafeno

Se añadieron 0,05 kg de grafeno a 0,95 kg de etanol anhidro y se mezclaron y agitaron, y luego se trituró la mezcla en un molino de arena hasta que el grafeno tuvo un tamaño de partícula de $D_{99} < 7 \mu\text{m}$, se descargó, y se filtró por succión.

4) Preparación de premezcla de suspensión de grafeno

Se añadió el residuo del filtro anterior a 0,95 kg de aceite blanco (concentración de grafeno del 5% en peso en la premezcla de suspensión de grafeno). Se añadieron a la misma 0,002 kg de polvo de UHMWPE (la cantidad de adición de UHMWPE es del 0,2% en peso de premezcla de suspensión de grafeno) con agitación a alta velocidad (2000 rpm durante 10 min), y la temperatura se elevó hasta 80°C para eliminar el etanol. Después de que no burbujeara la solución, la temperatura se elevó hasta 150°C y se mantuvo durante 3 h.

5) Preparación de mezcla de hilatura

Se mezclaron las soluciones de las etapas 2) y 4) y se añadieron a una caldera de hinchamiento que contenía 96,75 kg de polvo de UHMWPE (peso molecular promedio de viscosidad de $5 \times 10^6 \text{ g/mol}$) y 1515,75 kg de aceite blanco (la fibra de vidrio representaba el 3% de la masa de fibras de polietileno de peso molecular ultra alto y el grafeno representaba el 0,05% de la masa de la fibra de polietileno de peso molecular ultra alto), y luego, se añadió a la mezcla anterior 0,2 kg de antioxidante 1076 (la cantidad de antioxidante añadida fue el 0,2% de la masa de fibra de polietileno de peso molecular ultra alto) y se agitó a alta velocidad durante 15 minutos con un emulsionador para preparar la mezcla de hilatura con una determinada concentración.

6) Preparación de fibra compuesta

La temperatura en la caldera se elevó hasta 110°C para hincharse y se incubó durante 2 h. Además, la mezcla se sometió a una caldera de solución, una caldera de alimentación, y se extruyó mediante una extrusora de doble husillo para estar en estado fundido, en donde la temperatura de extrusión se eleva gradualmente de desde 110°C hasta 243°C, y luego se hace fluir a través de la bomba dosificadora (28 rpm). Después de dosificar de manera homogénea, se formó el hilado en gel enfriando con agua. Después de reposar y equilibrar durante 24 h a temperatura ambiente, el hilado en gel se sometió a extracción, secado y estiramiento ultracaliente en 4 fases a una temperatura de 140-146°C para obtener la fibra compuesta.

Ejemplo 2:

10 Tal como se muestra en la figura 13, se proporciona un método para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

1) Pretratamiento de fibra de vidrio

15 Se disolvieron 6 g de agente de acoplamiento de silano KH-560 en etanol anhidro, luego se añadieron 6 kg de fibra de vidrio (que tenía un diámetro de 3-7 µm, una longitud de 10-400 µm, una longitud promedio de 60 µm) para mezclar de manera homogénea, en el que KH-560 representaba el 0,1% en peso de la fibra de vidrio. Después de 10 min de inmersión, la fibra de vidrio se secó a 180°C durante 1 h, se trituró y se filtró con malla 100 para su uso posterior.

2) Preparación de premezcla de fibra de vidrio

Se vertió la fibra de vidrio tratada en 114 kg de aceite blanco (la concentración de fibra de vidrio es del 5%) para mezclar, y luego se agitó a alta velocidad durante 30 min con un emulsionador a una velocidad de 5000 rpm.

20 3) Pretratamiento de suspensión de grafeno

Se añadieron 0,01 kg de grafeno a 0,99 kg de etanol anhidro y se mezclaron y agitaron, y luego la mezcla se trituró en un molino de arena hasta que el grafeno tuvo un tamaño de partícula de $D_{99} < 7 \mu\text{m}$, se descargó, y se filtró por succión.

4) Preparación de premezcla de suspensión de grafeno

25 Se añadió el residuo del filtro anterior a 0,99 kg de aceite blanco (concentración de grafeno del 1% en peso en la premezcla de suspensión de grafeno). Se añadieron a la misma 0,001 kg de polvo de UHMWPE (la cantidad de adición de UHMWPE es el 0,1% en peso de la premezcla de suspensión de grafeno) con agitación a alta velocidad (1800 rpm durante 20 min), y la temperatura se elevó hasta 90°C para eliminar el etanol. Después de que la solución no burbujeara, la temperatura se elevó hasta 135°C y se mantuvo durante 4,5 h.

30 5) Preparación de la mezcla de hilatura

35 Se mezclaron las soluciones de las etapas 2) y 4) y se añadieron a una caldera de hinchamiento que contenía 93,49 kg de polvo de UHMWPE (peso molecular promedio de viscosidad de $4 \times 10^6 \text{ g/mol}$) y 1464,68 kg de aceite blanco (la fibra de vidrio representaba el 6% de la masa de fibra de polietileno de peso molecular ultra alto y el grafeno representaba el 0,01% de la masa de fibra de polietileno de peso molecular ultra alto), y luego se añadió a la mezcla anterior 0,5 kg de antioxidante DNP (la cantidad de antioxidante añadida fue el 0,5% de la masa de fibra de polietileno de peso molecular ultra alto) y se agitó a alta velocidad durante 15 min con un emulsionador para preparar la mezcla de hilatura con una determinada concentración.

6) Preparación de fibra compuesta

40 Se elevó la temperatura en la caldera hasta 100°C para hincharse y se incubó durante 3 h. Además, la mezcla se sometió a una caldera de solución, una caldera de alimentación, y se extruyó mediante una extrusora de doble husillo para estar en estado fundido, en donde la temperatura de extrusión se eleva gradualmente de desde 110°C hasta 243°C, y luego se hace fluir a través de la bomba dosificadora (28 rpm). Después de dosificar de manera homogénea, se formó el hilado en gel enfriando con agua. Después de reposar y equilibrar durante 24 h a temperatura ambiente, el hilado en gel se sometió a extracción, secado y estiramiento ultracaliente en 4 fases a una temperatura de 140-146°C para obtener la fibra compuesta.

Ejemplo 3:

Como se muestra en la figura 13, se proporciona un método para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

1) Pretratamiento de fibra de vidrio

Se disolvieron 0,02 kg de agente de acoplamiento de silano KH-570 en etanol anhidro, luego se añadieron 0,2 kg de fibra de vidrio (que tenía un diámetro de 3-10 μm , una longitud de 10-600 μm , una longitud promedio de 30 μm) para mezclar de manera homogénea, en el que KH-570 representaba el 10% en peso de la fibra de vidrio. Después de 2 h de inmersión, la fibra de vidrio se secó a 50°C durante 6 h, y se trituro y se filtró con malla 100 para su uso posterior.

5 2) Preparación de premezcla de fibra de vidrio

Se vertió la fibra de vidrio tratada en 1,8 kg de aceite blanco (la concentración de fibra de vidrio es del 10%) para mezclar, y luego se agitó a alta velocidad durante 1 h con un emulsionador a una velocidad de 3000 rpm.

3) Pretratamiento de suspensión de grafeno

10 Se añadieron 0,08 kg de grafeno a 0,92 kg de etanol anhidro y se mezcló y agitó, y luego se trituro la mezcla en un molino de arena hasta que el grafeno tuvo un tamaño de partícula de $D_{99} < 7 \mu\text{m}$, se descargó, y se filtró por succión.

4) Preparación de premezcla de suspensión de grafeno

15 Se añadió el residuo del filtro anterior a 0,92 kg de aceite blanco (concentración de grafeno del 8% en peso en la premezcla de suspensión de grafeno). Se añadieron a la misma 0,001 kg de polvo de UHMWPE (la cantidad de adición de UHMWPE es el 0,3% en peso de la premezcla de suspensión de grafeno) con agitación a alta velocidad (2000 rpm durante 5 min), y la temperatura se elevó hasta 90°C para eliminar el etanol. Después de que la solución no burbujeara, la temperatura se elevó hasta 170°C y se mantuvo durante 2,5 h.

5) Preparación de mezcla de hilatura

20 Se mezclaron las soluciones de las etapas 2) y 4) y se añadieron a una caldera de hinchamiento que contenía 98,72 kg de polvo de UHMWPE (peso molecular promedio de viscosidad de 2×10^6 g/mol) y 1546,61 kg de aceite blanco (la fibra de vidrio representaba el 0,2% de la masa de fibras de polietileno de peso molecular ultra alto y el grafeno representaba el 0,08% de la masa de la fibra de polietileno de peso molecular ultra alto), y luego se añadió a la mezcla anterior 1 kg de antioxidante CA (la cantidad de antioxidante añadido fue del 1% de la masa de fibra de polietileno de peso molecular ultra alto) y se agitó a alta velocidad durante 15 min con un emulsionador para preparar la mezcla de hilatura con una determinada concentración.

25 6) Preparación de fibra compuesta

30 Se elevó la temperatura en la caldera hasta 140°C para hincharse y se incubó durante 1 h. Además, la mezcla se sometió a una caldera de hinchamiento, una caldera de alimentación, y se extruyó mediante una extrusora de doble husillo para estar en estado fundido, en donde la temperatura de extrusión se eleva gradualmente de desde 110°C hasta 243°C, y luego se hace fluir a través de la bomba dosificadora (28 rpm), después de dosificar de manera homogénea, se formó el hilado en gel enfriando con agua. Después de reposar y equilibrar durante 24 h a temperatura ambiente, el hilado en gel se sometió a extracción, secado y estiramiento ultracaliente en 4 fases a una temperatura de 140-146°C para obtener la fibra compuesta.

Ejemplo 4

35 Tal como se muestra en la figura 13, se proporciona un método para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

1) Pretratamiento de fibra de vidrio

40 Se disolvió 1 kg de agente de acoplamiento de silano KH-570 en etanol anhidro, luego se añadieron 10 kg de fibra de vidrio (que tenía un diámetro de 3-10 μm , una longitud de 10-600 μm , una longitud promedio de 30 μm) para mezclar de manera homogénea, en el que KH-570 representaba el 10% en peso de la fibra de vidrio. Después de 2 h de inmersión, la fibra de vidrio se secó a 50°C durante 6 h, y se trituro y se filtró con malla 100 para su uso posterior.

2) Preparación de premezcla de fibra de vidrio

Se vertió la fibra de vidrio tratada en 1,8 kg de aceite blanco (la concentración de fibra de vidrio es del 30%) para mezclar, y luego se agitó a alta velocidad durante 5 min con un emulsionador a una velocidad de 10000 rpm.

3) Pretratamiento de suspensión de grafeno

45 Se añadieron 0,03 kg de grafeno a 0,97 kg de etanol anhidro y se mezclaron y agitaron, y luego la mezcla se trituro en un molino de arena hasta que el grafeno tuvo un tamaño de partícula de $D_{99} < 7 \mu\text{m}$, se descargó, y se filtró por succión.

4) Preparación de premezcla de suspensión de grafeno

50 Se añadió el residuo del filtro anterior a 0,97 kg de aceite blanco (concentración de grafeno del 3% en peso en la premezcla de suspensión de grafeno). Se añadieron a la misma 0,002 kg de polvo de UHMWPE (la cantidad de adición

de UHMWPE es el 0,2% en peso de premezcla de suspensión de grafeno) con agitación a alta velocidad (2000 rpm durante 10 min), y la temperatura se elevó hasta 85°C para eliminar el etanol. Después de que la solución no burbujeara, la temperatura se elevó hasta 150°C y se mantuvo durante 3 h.

5) Preparación de mezcla de hilatura

- 5 Se mezclaron las soluciones de las etapas 2) y 4) y se añadieron a una caldera de hinchamiento que contenía 89,87 kg de polvo de UHMWPE (peso molecular promedio de viscosidad de 6×10^6 g/mol) y 1407,9 kg de aceite blanco (la fibra de vidrio representaba el 10% de la masa de fibras de polietileno de peso molecular ultra alto y el grafeno representaba el 3% de la masa de la fibra de polietileno de peso molecular ultra alto), y luego se añadió a la mezcla anterior 0,1 kg de antioxidante 1076 (la cantidad de antioxidante añadida fue el 0,1% de la masa de fibra de polietileno de peso molecular ultra alto) y se agitó a alta velocidad durante 15 min con un emulsionador para preparar la mezcla de hilatura con una determinada concentración.

6) Preparación de fibra compuesta

- 15 Se elevó la temperatura en la caldera hasta 120°C para hincharse y se incubó durante 2 h. Además, la mezcla se sometió a una caldera de solución, una caldera de alimentación, y se extruyó mediante una extrusora de doble husillo para estar en estado fundido, en el que la temperatura de extrusión se eleva gradualmente de desde 110°C hasta 243°C, y luego se hace fluir a través de la bomba dosificadora (28 rpm). Después de dosificar de manera homogénea, se formó el hilado en gel enfriando con agua. Después de reposar y equilibrar durante 24 h a temperatura ambiente, el hilado en gel se sometió a extracción, secado y estiramiento ultracaliente en 4 fases a una temperatura de 140-146°C para obtener la fibra compuesta.

20 Ejemplo 5:

Tal como se muestra en la figura 13, se proporciona un método para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

1) Pretratamiento de fibra de vidrio

- 25 Se disolvieron 0,05 kg de agente de acoplamiento de silano KH-560 en etanol anhidro, luego se añadió 1 kg de fibra de vidrio (que tenía un diámetro de 3-10 μm , una longitud de 50-600 μm , una longitud promedio de 85 μm) para mezclar de manera homogénea, en el que KH-560 representaba el 5% en peso de la fibra de vidrio. Después de 1 h de inmersión, se secó a 130°C durante 2 h, y se trituró y se filtró con malla 100 para su uso posterior.

2) Preparación de premezcla de fibra de vidrio

- 30 Se vertió la fibra de vidrio tratada en 19 kg de aceite blanco (la concentración de fibra de vidrio es del 20%) y luego se agitó a alta velocidad durante 10 min con un emulsionador a una velocidad de 8000 rpm.

3) Pretratamiento de suspensión de grafeno

Se añadieron 0,05 kg de grafeno a 0,95 kg de etanol anhidro y se mezclaron y agitaron, y luego la mezcla se trituró en un molino de arena hasta que el grafeno tuvo un tamaño de partícula de $D_{99} < 7 \mu\text{m}$, se descargó, y se filtró por succión.

35 4) Preparación de premezcla de suspensión de grafeno

- 40 Se añadió el residuo del filtro anterior a 0,95 kg de aceite blanco (concentración de grafeno del 5% en peso en la premezcla de suspensión de grafeno). Se añadieron a la misma 0,002 kg de polvo de UHMWPE (la cantidad de adición de UHMWPE es el 0,2% en peso de la premezcla de suspensión de grafeno) con agitación a alta velocidad (2000 rpm durante 10 min), y la temperatura se elevó hasta 85°C para eliminar el etanol. Después de que la solución no burbujeara, la temperatura se elevó hasta 150°C y se mantuvo durante 3 h.

5) Preparación de mezcla de hilatura

- 45 Se mezclaron las soluciones de las etapas 2) y 4) y se añadieron a una caldera de hinchamiento que contenía 98,75 kg de polvo de UHMWPE (peso molecular promedio de viscosidad de 3×10^6 g/mol) y 1547,08 kg de aceite blanco (la fibra de vidrio representaba el 1% de la masa de fibras de polietileno de peso molecular ultra alto y el grafeno representaba el 0,05% de la masa de fibra de polietileno de peso molecular ultra alto), y luego se añadió a la mezcla anterior 0,2 kg de antioxidante 1076 (la cantidad de antioxidante añadido fue el 0,2% de la masa de fibra de polietileno de peso molecular ultra alto) y se agitó a alta velocidad durante 15 min con un emulsionador para preparar la mezcla de hilatura con una determinada concentración.

6) Preparación de fibra compuesta

- 50 La temperatura en la caldera se elevó hasta 130°C para hincharse y se incubó durante 2 h. Además, la mezcla se sometió a una caldera de solución, una caldera de alimentación, y se extruyó mediante una extrusora de doble husillo

para estar en estado fundido, en donde la temperatura de extrusión se eleva gradualmente de desde 110°C hasta 243°C, y luego se hace fluir a través de la bomba dosificadora (28 rpm). Después de dosificar de manera homogénea, se formó el hilado en gel enfriando con agua. Después de reposar y equilibrar durante 24 h a ambiente, el hilado en gel se sometió a extracción, secado, y estiramiento ultracaliente en 4 fases a una temperatura de 140-146°C para obtener la fibra compuesta.

Ejemplo 6

Tal como se muestra en la figura 14, se proporciona un método para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto.

1) Preparación de premezcla de fibra de vidrio

Se vertieron 3 kg de fibra de vidrio en 9 kg de aceite blanco (la concentración de fibra de vidrio es del 25%) y luego se agitó a alta velocidad durante 15 min con un emulsionador a una velocidad de 3500 rpm.

2) Pretratamiento de suspensión de grafeno

Se añadieron 0,05 kg de grafeno a 0,95 kg de etanol anhidro y se mezcló y agitó, y luego la mezcla se trituró en un molino de arena hasta que el grafeno tuvo un tamaño de partícula de $D_{99} < 7 \mu\text{m}$, se descargó, y se filtró por succión.

3) Preparación de premezcla de suspensión de grafeno

Se añadió el residuo del filtro anterior a 0,95 kg de aceite blanco (concentración de grafeno del 5% en peso en la premezcla de suspensión de grafeno). Se añadieron a la misma 0,002 kg de polvo de UHMWPE (la cantidad de adición de UHMWPE es el 0,2% en peso de premezcla de suspensión de grafeno) con agitación a alta velocidad (2000 rpm durante 10 min), y la temperatura se elevó hasta 80°C para eliminar el etanol. Después de que la solución no burbujeara, la temperatura se elevó hasta 150°C y se mantuvo durante 3 h.

4) Preparación de mezcla de hilatura

Se mezclaron las soluciones de las etapas 1) y 3) y se añadieron a una caldera de hinchamiento que contenía 96,75 kg de polvo de UHMWPE (peso molecular promedio de viscosidad de $5 \times 10^6 \text{ g/mol}$) y 1515,75 kg de aceite blanco (la fibra de vidrio representaba el 3% de la masa de fibras de polietileno de peso molecular ultra alto y el grafeno representaba el 0,05% de la masa de la fibra de polietileno de peso molecular ultra alto), y luego se añadió a la mezcla anterior 0,2 kg de antioxidante 1076 (la cantidad de antioxidante añadida fue el 0,2% de la masa de fibra de polietileno de peso molecular ultra alto) y se agitó a alta velocidad durante 15 min con un emulsionador para preparar la mezcla de hilatura con una determinada concentración.

6) Preparación de fibra compuesta

Se elevó la temperatura en la caldera hasta 110°C para hincharse y se incubó durante 2 h. Además, la mezcla se sometió a una caldera de solución, una caldera de alimentación, y se extruyó mediante una extrusora de doble husillo para estar en estado fundido, en donde la temperatura de extrusión se eleva gradualmente de desde 110°C hasta 243°C, y luego se hace fluir a través de la bomba dosificadora (28 rpm). Después de dosificar de manera homogénea, se formó el hilado en gel enfriando con agua. Después de reposar y equilibrar durante 24 h a temperatura ambiente, el hilado en gel se sometió a extracción, secado y estiramiento ultracaliente en 4 fases a una temperatura de 140-146°C para obtener la fibra compuesta.

Según el método de la presente invención, los datos de rendimiento de resistencia al corte de los productos de los diversos ejemplos de la presente invención se muestran en la tabla 1 a continuación, que muestra la capacidad de carga esperada y la calidad ANSI de las fibras compuestas que contienen diferentes cantidades de fibra de vidrio y grafeno preparadas mediante el método de la presente invención, en donde cuanto mayor es la carga esperada, mayor es la resistencia de la fibra compuesta obtenida, y mayor es la calidad ANSI, indicando que la resistencia al corte de la fibra compuesta obtenida es más fuerte.

Tabla 1: Resultados de comparación de la prueba de resistencia al corte de la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto de la presente invención

Número de producto	Cantidad de adición de fibra de vidrio	Cantidad de adición de grafeno	Carga esperada	Calidad ANSI
Ejemplo 1	3%	0,05%	1930 g	A4
Ejemplo 2	6%	0,01%	1611 g	A4

Ejemplo 3	0,2%	0,08%	1743 g	A4
Ejemplo 4	10%	3%	2002 g	A4
Ejemplo 5	1%	0,05%	1603 g	A4
Ejemplo 6	3%	0,05%	2106 g	A4

Debe observarse que la descripción anterior es solo una realización preferida de la presente invención y no pretende limitar la presente invención. Aunque la presente invención se ha descrito en detalle con referencia a las realizaciones anteriores, los expertos en la técnica aún pueden modificar las soluciones técnicas descritas en las realizaciones anteriores, o reemplazar de manera equivalente algunas de las características técnicas. Se pretende que cualquier modificación, sustitución equivalente, mejora, etc. de este tipo de la invención se incluyan dentro del alcance de la presente invención tal como se define en las reivindicaciones adjuntas.

5

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar una fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto, que comprende:
 - preparar una premezcla de fibra de vidrio: dispersar fibra de vidrio en un primer aceite blanco para obtener la premezcla de fibra de vidrio;
 - 5 preparar una premezcla de suspensión de grafeno: triturar la suspensión de grafeno, filtrar, luego añadir el residuo del filtro a un segundo aceite blanco, y luego añadir un primer UHMWPE al segundo aceite blanco que contiene el residuo del filtro de grafeno, calentar la premezcla hasta de 80°C a 90°C, y después de que la misma no burbujeara, elevar la temperatura hasta de 135°C a 170°C, y mantener durante de 2,5 a 4,5 h;
 - 10 preparar una mezcla de hilatura: mezclar la premezcla de fibra de vidrio, la premezcla de suspensión de grafeno, un segundo UHMWPE, un antioxidante y un tercer aceite blanco para obtener la mezcla de hilatura;
 - hincharse y mezclar la mezcla de hilatura para formar un estado fundido;
 - extruir la mezcla de hilatura que está en estado fundido;
 - enfriar para formar un hilado en gel; y
 - obtener la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto a partir del hilado en gel.
- 15 2. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde la premezcla de fibra de vidrio contiene del 5% en peso al 30% en peso de fibra de vidrio; en donde el método de dispersión para dispersar la fibra de vidrio en el primer aceite blanco comprende: en primer lugar verter la fibra de vidrio en el primer aceite blanco, mezclar previamente, y luego agitar a alta velocidad con un emulsionador para formar una suspensión homogénea.
- 20 3. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde la premezcla de fibra de vidrio contiene del 10% en peso al 25% en peso de fibra de vidrio; el emulsionador tiene una velocidad de agitación de 3000 rpm a 10000 rpm; y un tiempo de agitación de 5 min a 60 min.
- 25 4. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde el hinchamiento se lleva a cabo calentando hasta de 100°C a 140°C en una caldera de hinchamiento y manteniendo durante de 1 a 3 h.
5. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde la fibra de vidrio tiene un diámetro de 3 µm a 10 µm; la fibra de vidrio tiene una longitud promedio de 30 µm a 100 µm; la fibra de vidrio tiene una longitud en el intervalo de 10 µm a 600 µm.
- 30 6. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 5, en donde la fibra de vidrio tiene un diámetro de 5 µm a 7 µm; la fibra de vidrio tiene una longitud promedio de 50 µm a 70 µm; y la fibra de vidrio tiene una longitud en el intervalo de 50 µm a 400 µm.
- 35 7. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde la fibra de vidrio se modifica en primer lugar con un agente de acoplamiento de silano, y luego se usa para preparar la premezcla de fibra de vidrio; el método de tratamiento específico para modificar la fibra de vidrio con el agente de acoplamiento de silano es el siguiente: disolver el agente de acoplamiento de silano en etanol anhidro, y luego se añade la fibra de vidrio para mezclar de manera homogénea, impregnar, secar, triturar y filtrar con malla 100; en donde la cantidad del agente de acoplamiento de silano es del 0,2% al 2% de la masa total de la fibra de vidrio, y el tiempo de impregnación de la fibra de vidrio en la solución de etanol del agente de acoplamiento de silano es de 30 min a 2 h, y la temperatura de secado es de 50°C a 180°C, y el tiempo de secado es de 2 h a 3 h.
- 40 8. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde la suspensión de grafeno es una mezcla de grafeno-etanol anhidro, la suspensión de grafeno tiene una concentración de grafeno del 1% en peso al 8% en peso.
- 45 9. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 8, en donde la suspensión de grafeno tiene una concentración de grafeno del 5% en peso; el grafeno es un polvo de grafeno de estructura de una única capa o múltiples capas; la estructura de grafeno de una única capa o múltiples capas tiene un diámetro de lámina de 0,5 µm a 5 µm y un grosor de 0,5 nm a 30 nm; y el grafeno de estructura de una única capa o múltiples capas tiene un área superficial específica de 200 m²/g a 1000 m²/g.
- 50 10. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde en el método para preparar la premezcla de suspensión de grafeno,

triturar la mezcla de grafito-etanol anhidro hasta un tamaño de partícula de grafito de $D_{99} < 7 \mu\text{m}$; en donde la molienda usa un molino de arena durante de 3 h a 4 h, la molienda usa un medio de molienda de perla de circonia que tiene un diámetro de partícula de 0,6 mm a 0,8 mm, y el molino de arena tiene una velocidad de rotación de 1500 rpm a 2800 rpm;

- 5 el primer UHMWPE se añade al segundo aceite blanco que contiene el residuo de filtro de grafito en condiciones de agitación a alta velocidad, la agitación a alta velocidad tiene una velocidad de agitación de 1800 rpm a 2000 rpm; y la agitación a alta velocidad tiene un tiempo de agitación de 5 min a 20 min.
- 10 11. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde la premezcla de suspensión de grafito tiene una concentración de grafito del 1% en peso al 8% en peso, y el primer UHMWPE tiene una fracción másica del 0,1% en peso al 0,3 % en peso.
12. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde la premezcla de suspensión de grafito tiene una concentración de grafito del 5% en peso y el primer UHMWPE tiene una fracción másica del 0,2% en peso.
- 15 13. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde en el método para preparar la mezcla de hilatura, la premezcla de fibra de vidrio y la premezcla de suspensión de grafito se mezclan en primer lugar a alta velocidad en un emulsionador, luego se añaden a una caldera de hinchamiento que contiene el segundo UHMWPE y el tercer aceite blanco, y se añade adicionalmente el antioxidante para formar la mezcla de hilatura; en donde el segundo UHMWPE:el tercer aceite blanco tiene una razón en masa de 6:94.
- 20 14. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde en el método para preparar la mezcla de hilatura, la fibra de vidrio en la premezcla de fibra de vidrio:el grafito en la premezcla de suspensión de grafito:el antioxidante tiene una razón en masa de (0,2-10):(0,01-3):(0,01-1).
- 25 15. El método para preparar la fibra compuesta de polietileno de peso molecular ultra alto según la reivindicación 1, en donde en el método para preparar la mezcla de hilatura, la fibra de vidrio en la premezcla de fibra de vidrio:el grafito en la premezcla de suspensión de grafito:el antioxidante tiene una razón en masa de (1-6):(0,05):(0,1-0,5).

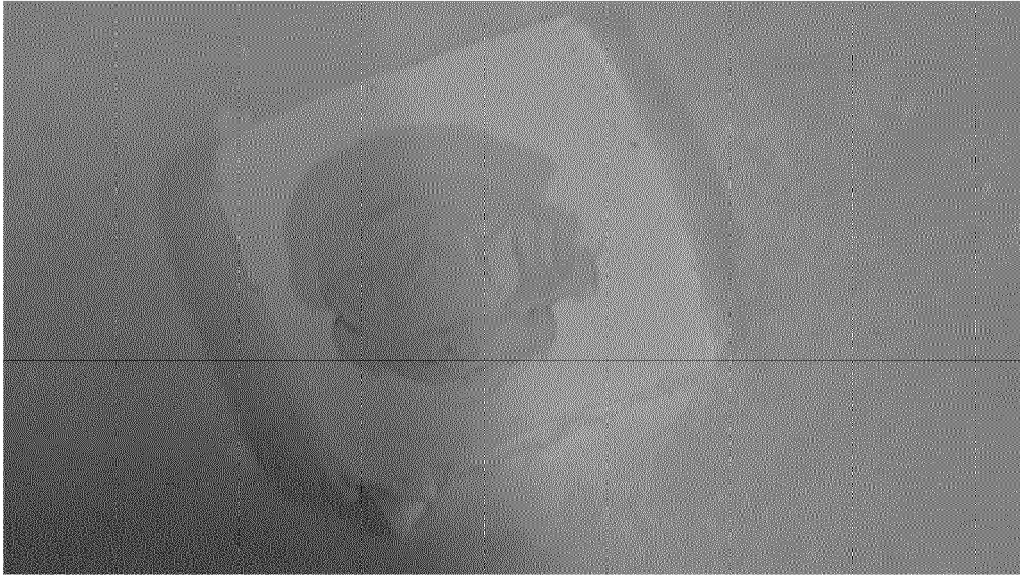


Figura 1

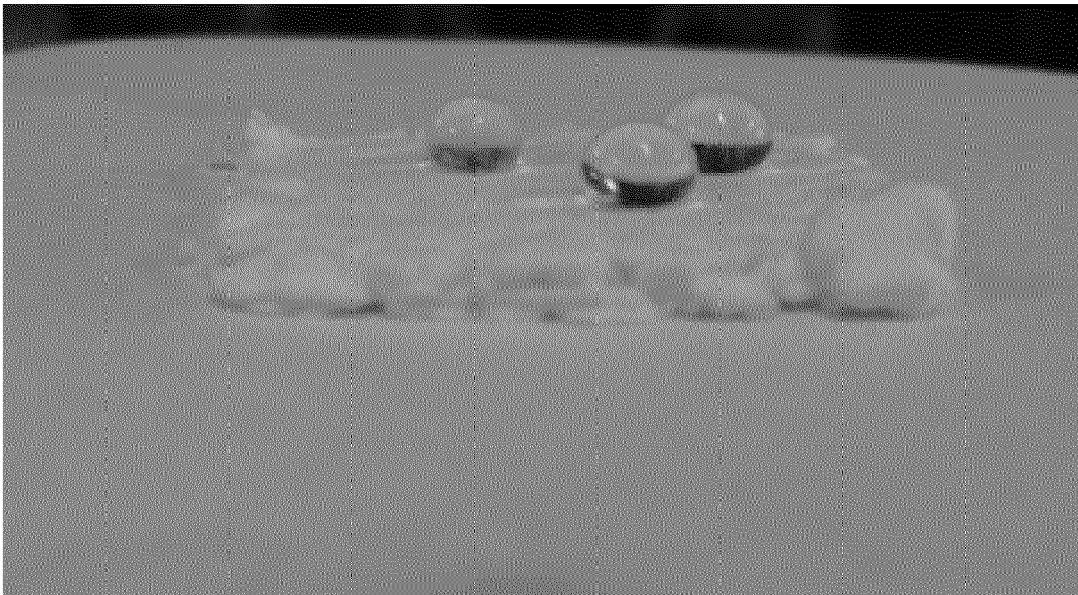


Figura 2



Figura 3

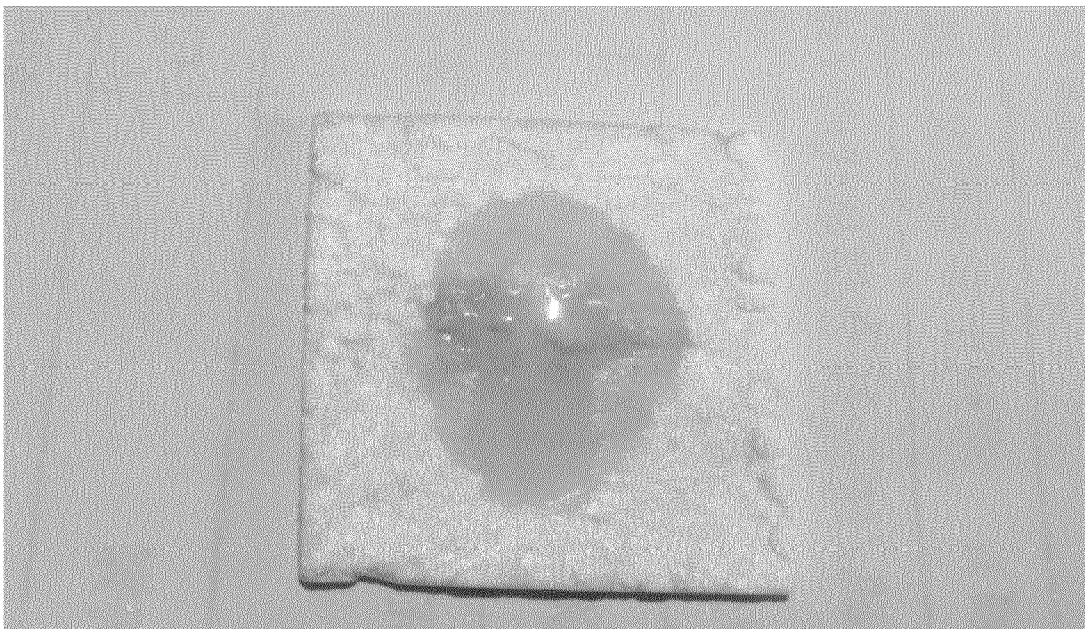


Figura 4

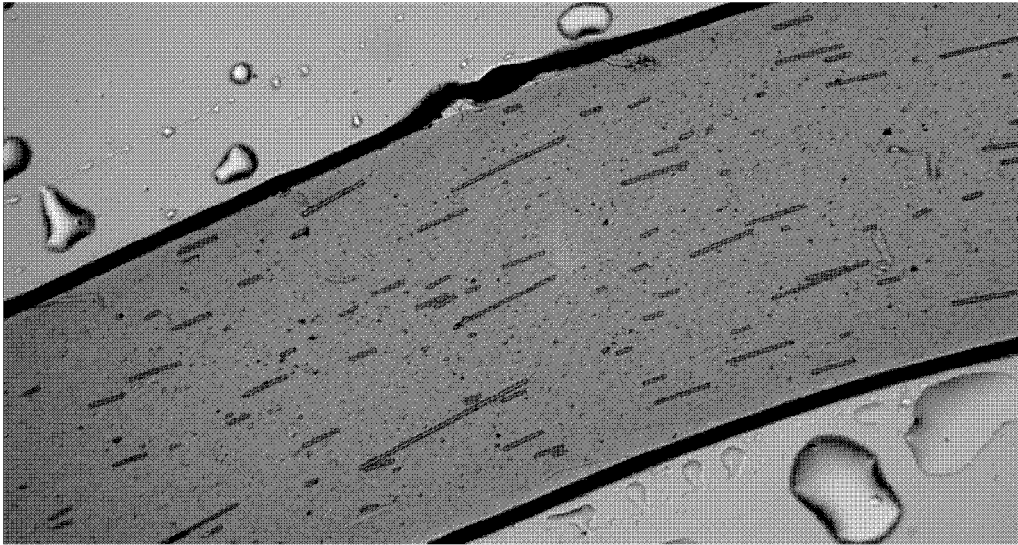


Figura 5

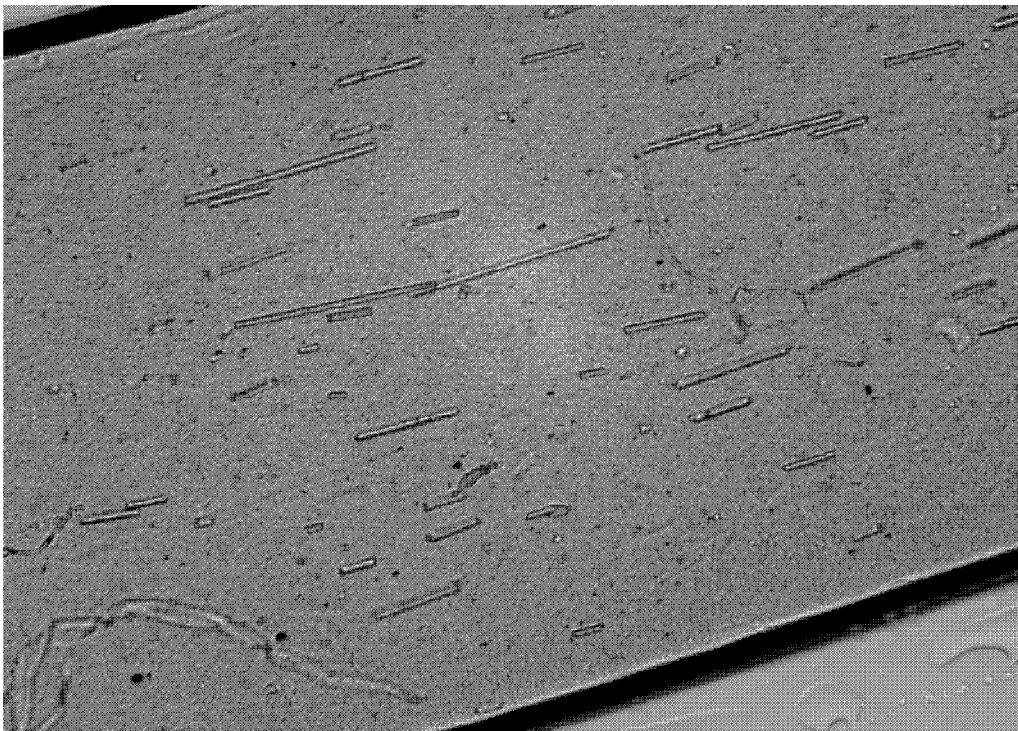


Figura 6

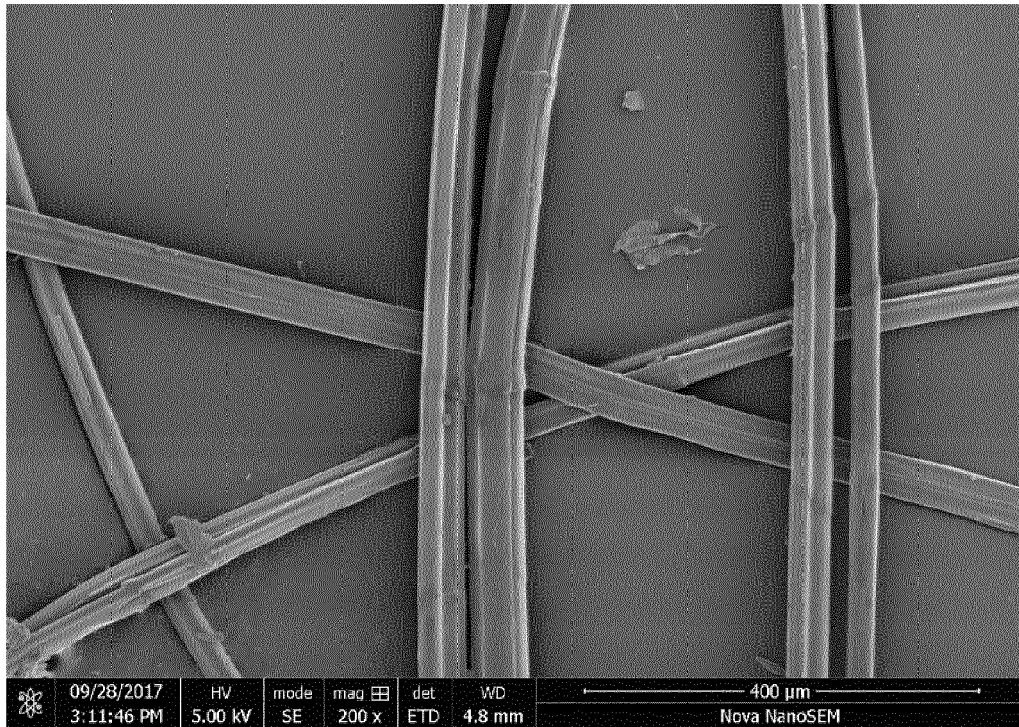


Figura 7

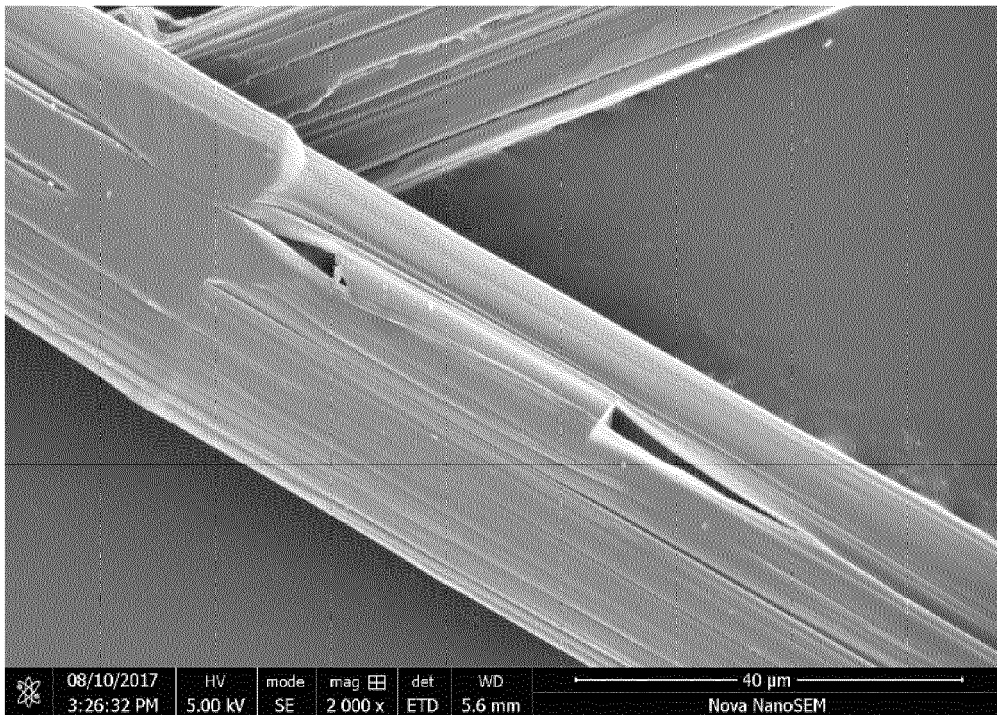


Figura 8

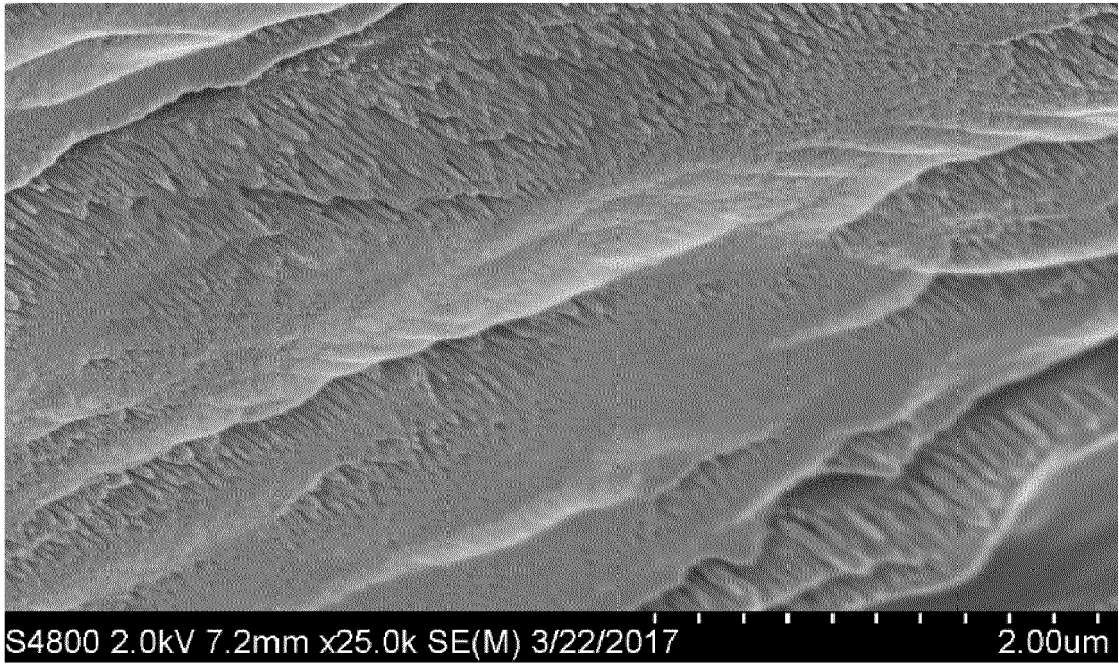


Figura-9

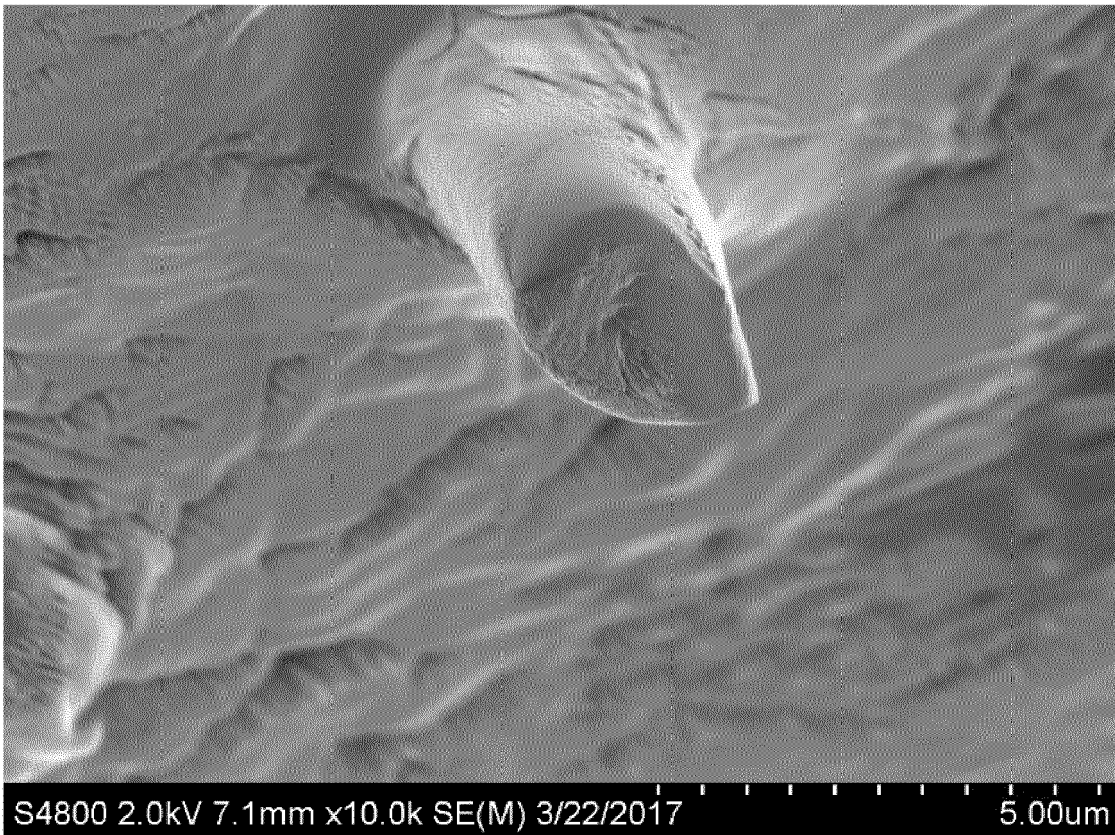


Figura 10

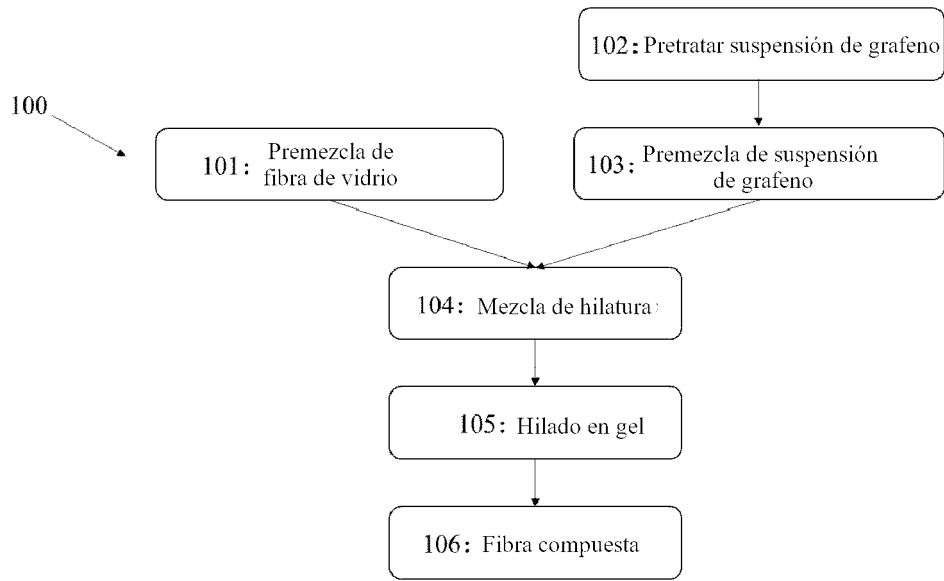


Figura 11

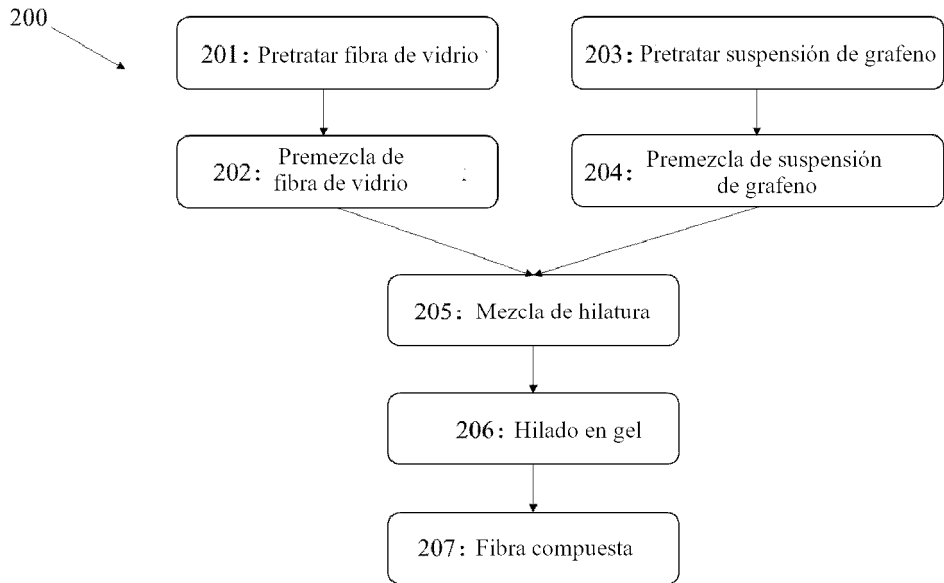


Figura 12

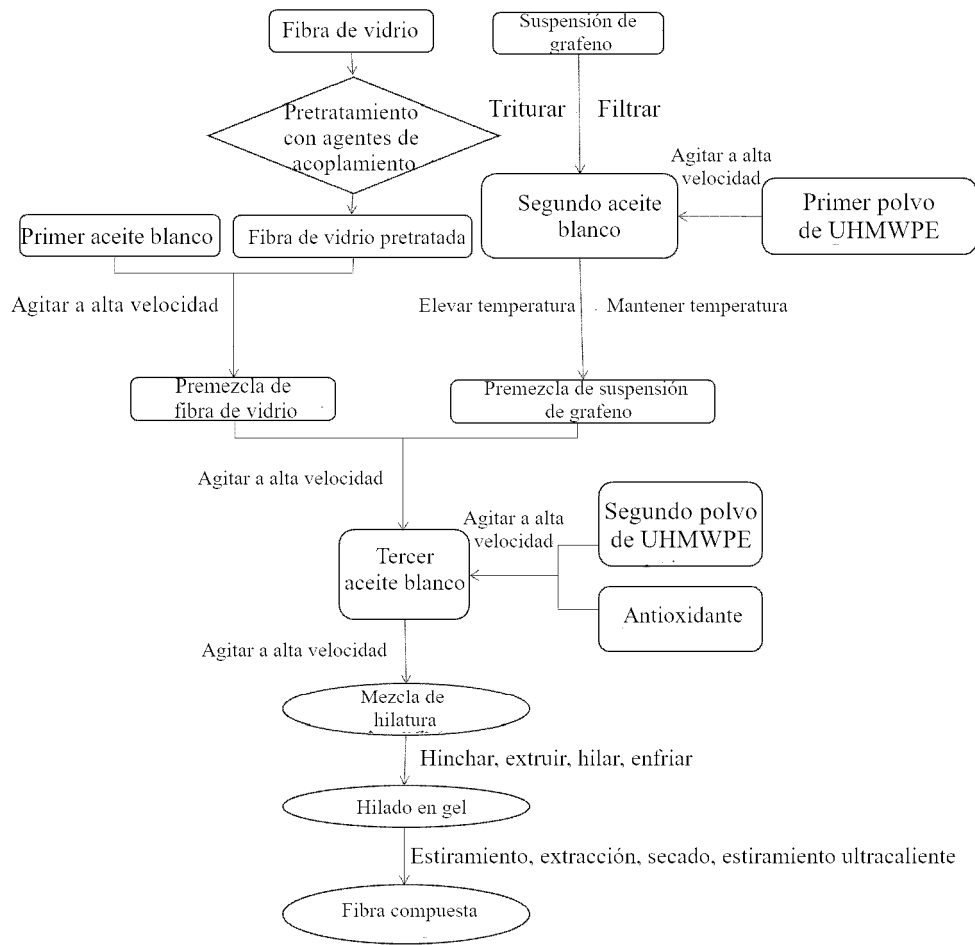


Figura 13

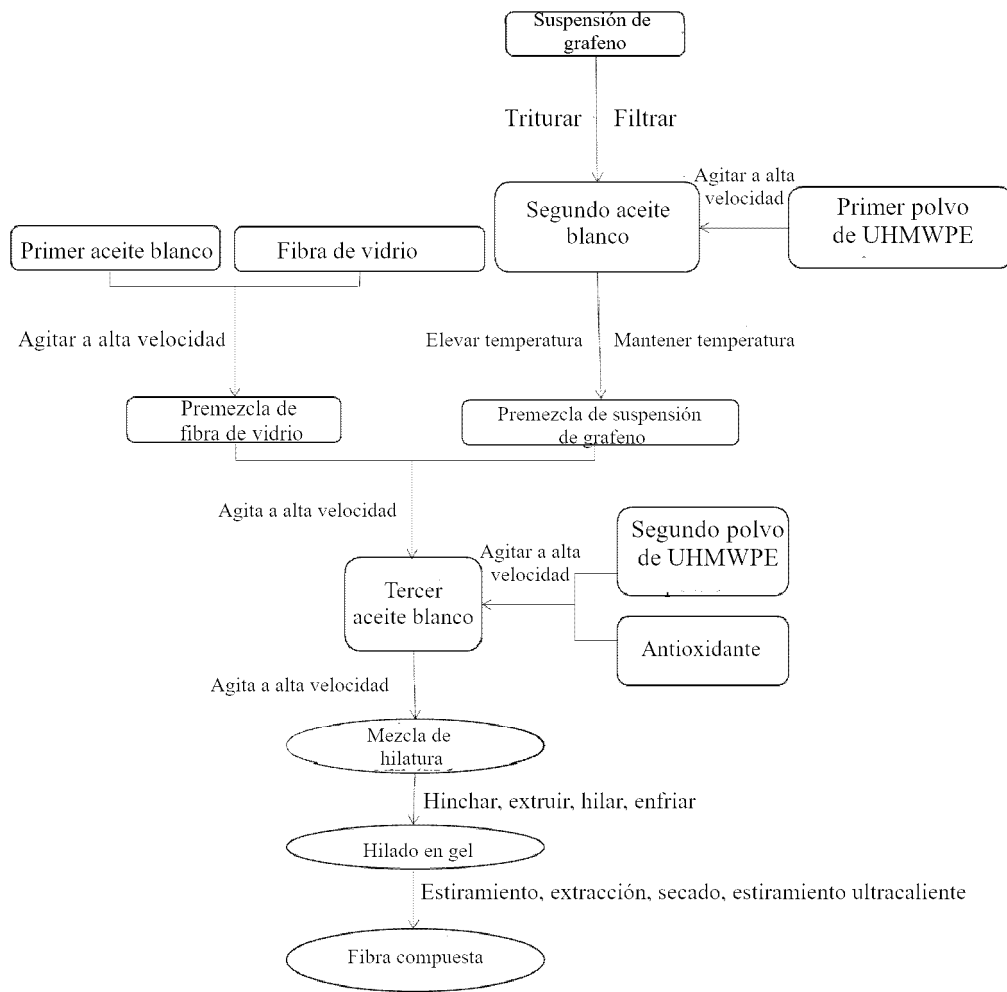


Figura 14