



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0710756-0 A2**

(22) Data de Depósito: 26/04/2007
(43) Data da Publicação: 14/06/2011
(RPI 2110)



(51) *Int.Cl.:*
F41H 5/04 2006.01

(54) Título: **FOLHA DE MATERIAL MULTICAMADA E PROCESSO DE PREPARAÇÃO**

(30) Prioridade Unionista: 26/04/2006 EP 06008600.6, 29/06/2006 EP 06013452.5, 22/12/2006 EP 06026725.9, 22/12/2006 US 60/876.544, 22/12/2006 EP 06026725.9, 26/04/2006 EP 06008600.6, 29/06/2006 EP 06013452.5, 22/12/2006 EP 06026725.9, 22/12/2006 EP 06026725.9, 22/12/2006 US 60/876.544, 26/04/2006 EP 06008600.6, 29/06/2006 EP 06013452.5

(73) Titular(es): DSM IP Assets B.V.

(72) Inventor(es): Alexander Volker Peters, David Vanek, Gijsbertus Hendrikus Maria Calis, Jacobus Johannes Mencke, Jean Hubert Marie Beugels, Johann Van Elburg, Joseph Arnold Paul Maria Simmelink, Reinard Jozef Maria Steeman, Roelof Marissen, Steen Tanderup

(74) Procurador(es): Orlando De Souza

(86) Pedido Internacional: PCT EP2007003690 de 26/04/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2007/122011 de 01/11/2007

(57) Resumo: FOLHA DE MATERIAL MULTICAMADA E PROCESSO DE PREPARAÇÃO. A invenção é relaciona-se a uma lâmina de material multicamada compreendendo pilhas de monocamadas unidirecionais de poliolefinas de alto peso molecular ultra estirado. A direção da estiramento de duas monocamadas subseqüentes na pilha difere. Comumente a espessura de ao menos uma monocamada não excede 50 μm , e a força de ao menos uma monocamada esteja compreendida entre 1,2 GPa e 3 GPa. A invenção também se relaciona com um artigo de resistência balística consistido de folha de material multicamada e com o processo para preparação do artigo de resistência balística.

FOLHA DE MATERIAL MULTICAMADA E PROCESSO DE PREPARAÇÃO

A invenção relaciona-se com folha de material multicamada compreendendo um empilhamento consolidado de monocamadas unidirecionais de poliolefinas de ultra alto peso molecular e estiradas, e o processo de preparação. A invenção também se relaciona a artigos de resistência balística compreendendo folha de material multicamada.

Um material laminado multicamada compreendendo um empilhamento consolidado de monocamadas unidirecionais de polietileno de ultra alto peso molecular enlongado conhecido por EP 1627719A1. Esta publicação apresenta um folha de material multicamada compreendendo uma variedade de monocamadas unidirecionais compreendendo essencialmente polietileno de ultra alto peso molecular e essencialmente desprovido de ligações matriciais, desta forma as direções das tiragem de duas monocamadas subseqüentes na pilha diferem. A espessura apresentada para monocamadas de material multicamada laminar é entre 30-120 μm , com variância preferencialmente de 50-100 μm .

A folha de material multicamada conforme a EP 1627719A1 utiliza polietileno de ultra alto peso molecular, essencialmente desprovido de ligações matriciais. Esta característica é necessária para obter as propriedades antibalísticas desejadas. Ainda que o folha de material multicamada conforme a EP 1627719A1 apresente performance balística satisfatória, esta performance pode ser melhorada

O objetivo da presente invenção é fornecer uma folha de material multicamada tendo propriedades antibalísticas melhoradas quando comparado com materiais conhecidos

Este objetivo é alcançado conforme a invenção por

providenciar uma folha de material multicamada compreendendo uma pilha consolidada de multicamadas unidirecionais de poliolefina de ultra alto peso molecular estiradas, onde a direção de tiragem de duas monocamadas
5 subseqüentes na pilha diferem, onde a espessura de ao menos uma monocamada não exceda 50 μm , e onde a força de ao menos uma monocamada seja ao menos 1,2GPa, 2.5GPa ou 3.0GPa. Preferivelmente a força de pelo menos uma monocamada é compreendida entre 1.2 Gpa e 3 Gpa, mais preferencialmente
10 entre 1.5 e 2.6 Gpa, e mais preferencialmente entre 1.8 e 2.4 GPa Foi surpreendente descobrir que esta combinação em particular de características garante uma melhora no desempenho antibalístico sobre a folha de material multicamada conhecido. Mais particularmente, quando a
15 desempenho balístico do folha de material multicamada conforme EP 1627719A1 é em escala de 100%, um desempenho antibalístico de mais de 130% foi obtido com a folha de material multicamada conforme esta invenção. Uma vantagem adicional do material laminado conforme esta invenção é que
20 não é mais preciso usar polietileno de ultra alto peso molecular essencialmente desprovido de ligações matriciais para obter o desejado nível de propriedades antibalísticas.

Um folha de material multicamada preferencial conforme esta invenção é caracterizado na espessura de ao menos uma
25 monocamada não exceda 25 μm ou 29 μm para força da monocamada de ao menos 1.2GPa, 2.5 GPa ou 3.0 GPa e preferencialmente para força de monocamadas compreendidas entre 1.2 GPa e 3 GPa, mais preferencialmente entre 1.5 e 2.6 GPa, e mais preferencialmente entre 1.8 e 2.4 GPa. Um
30 material laminado ainda mais preferido conforme esta

invenção é caracterizado na espessura de ao menos uma monocamada compreendida entre 3 e 29 μm , mais preferencialmente entre 3 e 25 μm , para monocamadas de força de ao menos 1.2 GPa, 2.5 GPa ou 3.0 GPa e preferencialmente para monocamadas de força compreendida entre 1.2 GPa e 3 GPa, mais preferencialmente entre 1.5 e 2.6 GPa, e mais preferencialmente entre 1,8 e 2.4 GPa. Outro material laminado preferido conforme esta invenção é caracterizado pela espessura de ao menos uma monocamada ser maior que 5 μm , preferencialmente 7 μm , mais preferencialmente 10 μm e não excedendo 50 μm para monocamadas de força de ao menos 1.2 GPa, 2.5GPa ou 3.0 GPa, mais preferido entre 1.5 e 2.6 GPa, e mais preferido entre 1.8 e 2.4 GPa.

Apesar de não ser necessário conforme a invenção que todas as monocamadas tenham as faixas de variações de espessura e força conforme reivindicado, uma folha de material multicamada onde todas as monocamadas tenham faixas de variações de espessura e força reivindicados é particularmente preferida.

Monocamadas unidirecionais podem ser obtidas de fitas ou filme orientados. Com fitas unidirecionais e monocamadas é pretendido no contexto para esta aplicação de fitas e monocamadas as quais mostram uma orientação preferida da cadeia do polímero em uma direção, isto é, na direção do estiramento. Tais fitas e monocamadas podem ser produzidas por estiramento, preferencialmente estiramento uniaxial, e exibirão propriedades mecânicas anisotrópicas.

A folha de material multicamada desta invenção preferencialmente consiste de polietileno com ultra alto

peso molecular. Este polietileno de ultra alto peso molecular pode ser linear ou ramificado, entretanto preferencialmente o polietileno linear é usado. Polietileno linear é aqui entendido por significar polietileno com 5 menos de 1 cadeia lateral por 100 átomos de carbono, e preferencialmente com menos que 1 cadeia lateral por 300 átomos de carbono; uma cadeia lateral ou ramificada geralmente contendo ao menos 10 átomos de carbono. Cadeias laterais podem adequadamente ser mensuradas por FTIR em uma 10 compressão de 2 mm espessura um filme moldado, conforme mencionado na EP 0269151. O polietileno linear pode ainda conter até 5 % mol de um ou mais de outros alcenos que são copolimerizados conjuntamente, tais como propeno, buteno, penteno, 4-metil-penteno, octeno. Preferencialmente, o 15 polietileno linear tem alta massa molar com uma viscosidade intrínseca (IV, como determinado em soluções em DECALIN à 135°C) de ao menos 4 dl/g, mais preferencialmente ao menos 8 dl/g, a mais preferencial é ao menos 10 dl/g. Este polietileno é também referenciado como polietileno de ultra 20 alto peso molecular, UHMWPE. Viscosidade intrínseca é uma medida de peso molecular que mais facilmente pode ser determinado que parâmetros de massa molar real tais como M_n e M_w . Um filme de polietileno deste tipo apresenta propriedades antibalísticas particularmente boas.

25 As fitas conforme este invenção podem ser preparadas na forma de filmes. Um processo preferido para formação destes filmes ou fitas consiste em alimentar um pó do polímero entre uma combinação de infindáveis regiões, comprimindo-moldando os polímeros particulados em 30 temperatura inferior ao ponto de fusão e rolando o polímero

comprimido-moldado resultante seguido do alongamento. Este tipo de processo encontra-se descrito na EP 0733460A2, o qual é incorporado neste ponto para referência. Se desejado, antes de alimentar e comprimir-moldar o pó do polímero, o pó do polímero pode ser misturado com um composto orgânico líquido adequado que tenha ponto de ebulição maior que o ponto de fusão do dito polímero. Moldagem por compressão pode também ocorrer por retenção temporária do pó do polímero entre as infundáveis zonas enquanto este é transportado. Isto pode, por exemplo, ser feito providenciando placas de prensagem e/ou roletes em conexão com as infundáveis zonas. Preferencialmente UHMWPE é usado neste processo. Estes UHMWPE necessita ser estirado em estado sólido.

Um outro processo preferido para formação de filmes consiste de alimentar um polímero em uma extrusora, extrusando o filme em temperatura acima do ponto de fusão daí estirando o filme de polímero extrusado. Se desejado, antes da alimentação do polímero na extrusora, o polímero pode ser misturado com composto orgânico líquido adequado, disto formando um gel, este sendo o caso preferencial quando é usado polietileno de ultra alto peso molecular.

Preferencialmente os filmes de polietileno são preparados via este processo de gel. Uma rotação em um gel adequado é descrita por exemplo na GB-A-2042414, GB-A-2051667, EP 0205960 A e WO 01/73173 A1, e na "Advanced Fibre Spinning Technology", Ed. T. Nakajima, Woodhead Publ. Ltd (1994), ISBN 185573 182 7. Resumindo, o processo de rotação de gel compreende a preparação de uma solução de poliolefina de alta viscosidade intrínseca, extrusando a

solução em um filme em temperatura acima da temperatura de dissolução, resfriando o filme abaixo da temperatura de gelatinização, desta forma ao menos parcialmente gelatinizando o filme, e antes estirando o filme, durante
5 e/ou depois de ao menos parcialmente removidos os solventes.

Estiramento, preferencialmente estiramento uniaxial, e o filme produzido pode ser conduzido por meios conhecidos na arte. Tais meios compreendem esticamento por extrusão e
10 esticamento por tensão em unidades viáveis. Para atingir aumento da resistência mecânica e à tensão, estiramento pode ser conduzido via múltiplos passos. Em caso do preferido filme de polietileno com ultra alto peso molecular, o estiramento é tipicamente conduzido
15 uniaxialmente em um número de etapas de estiramento. A primeira etapa de estiramento compreende estiramento para um fator de esticamento 3. Múltiplos estiramentos podem tipicamente resultar em um fator de esticamento de 09 para temperaturas até 120°C, um fator de esticamento de 25 para
20 temperaturas até 140°C, e um fator de esticamento de 50 para temperaturas até e superiores a 150°C. Pelos múltiplos estiramentos em temperaturas aumentadas, fatores de esticamento de 50 ou mais podem ser alcançados. Este resulta em fitas de alta força, onde aqui as fitas de
25 polietileno de ultra alto peso molecular, a força reivindicada varia de 1.2GPa a 3 GPa e pode ser mais facilmente obtida.

As fitas estiradas resultantes podem ser usadas desta forma para produzir monocamadas, ou elas podem ser cortadas
30 nas extensões desejadas, ou espalhadas ao longo da direção

do estiramento. A extensão das fitas preferencialmente é mais que 2 mm, mais preferencialmente mais que 5 mm e principalmente preferencialmente mais que 30, 50, 75 ou 100 mm. A densidade de área de fitas ou monocamadas pode ser
5 variada sobre uma larga faixa, ou seja, entre 3 e 200 g/m². Densidade de área é preferencialmente entre 5 e 120 g/m², mais preferida entre 10 e 80 g/m² e principalmente preferida entre 15 e 60 g/m². Para UHMWPE, a densidade de área é preferencialmente menor que 50 g/m² e mais
10 preferencialmente menos que 29 g/m² ou 25 g/m².

Uma folha de material multicamada preferida conforme esta invenção é caracterizada em ao menos uma monocamada compreendendo uma variedade de fitas unidirecionais de poliolefinas estiradas, alinhadas na mesma direção, aqui
15 como adjacentes fitas sem sobreposição. Isto providencia uma folha de material multicamada com muito mais simples construção que a construção apresentada em EP 1627719A1. De fato o material multicamada apresentado em EP 1627719A1 é produzido pelo posicionamento de várias fitas de
20 polietileno de ultra alto peso molecular adjacentes entre si aqui como fitas sobrepostas sobre alguma área de contato nas bordas longitudinais. Preferencialmente esta área é adicionalmente coberta com filme polimérico. O material multicamada da presente embalagem preferido não exige
25 esta elaborada construção para boa performance antibalística.

Em alguns empacotamentos a monocamada pode incluir um ligante o qual seja aplicado localmente para fixar e estabilizar as varias fitas unidirecionais de forma que a
30 estrutura da monocamada seja retida durante manipulação e

fabricação da laminação unidirecional. Ligantes viáveis são descritos na EP 0191306B1, EP 1170925A1, EP 0683374B1 e EP 1144740A1. A aplicação de ligante durante a formação da monocamada estabiliza com vantagens a fita, permitindo a
5 obtenção de ciclos de produção mais rápidos.

Outra folha de material particularmente preferida conforme a invenção consiste de ao menos uma monocamada, preferencialmente todas as monocamadas, construídas com varias fitas unidirecionais de polímero estirado, alinhados
10 de modo que eles formem uma estrutura entrelaçada. Tais fitas podem ser fabricadas aplicando técnicas de tecelagem, tais como entrelaçamento, enfeite, etc. de pequenas tiras de poliolefinas estiradas de ultra alto peso molecular e polietileno de ultra alto peso molecular em particular. As
15 tiras tem os mesmos valores de espessura e força que os requeridos pela invenção.

A folha de material multicamada conforme a invenção preferencialmente compreende ao menos 2 monocamadas unidirecionais, preferencialmente ao menos 4 monocamadas
20 unidirecionais, mais preferencialmente ao menos 6 monocamadas unidirecionais, e ainda mais preferencialmente ao menos 8 monocamadas unidirecionais e o mais preferencialmente ao menos 10 monocamadas unidirecionais. O aumento do número de monocamadas unidirecionais no folha de
25 material multicamada da invenção simplifica a fabricação de artigos formados com estes materiais laminados, desta sejam placas antibalísticas.

A invenção também relaciona o processo de preparação de folha de material multicamada do tipo de reivindicação,
30 O processo conforme a invenção consiste das etapas:

(a) Providenciar uma variedade de fitas de polietileno de ultra alto peso molecular estirados conforme a invenção, alinhados tais que cada fita seja orientada paralelamente do fitas adjacentes, e que as fitas adjacentes estejam
5 parcialmente sobrepostas.

(b) Posicionamento da variedade de fitas de polietileno de ultra alto peso molecular estirados no substrato de modo a formar a primeira monocamada

(c) Posicionamento uma variedade de fitas de polietileno de
10 ultra alto peso molecular estirado conforme a invenção na primeira monocamada, assim formando uma segunda monocamada, onde a direção da segunda monocamada faz um ângulo α com respeito ao primeiro, e

(d) Comprimir, sobre elevada temperatura, a assim formada
15 pilha para consolidar as monocamadas desta forma.

Através da compressão das monocamadas unidirecionais elas são suficientemente interconectadas uma a outra, significando que as monocamadas unidirecionais não separam-se sob condições normais de uso tais como temperatura
20 ambiente. Com o processo reivindicado, um folha de material multicamada tendo monocamadas da espessura.

A folha de material multicamada conforme a invenção é particularmente útil na fabricação de artigos de resistência balística, tais como vestimentas ou placas
25 armaduras. Aplicações balísticas compreendem aplicações ameaça balística contra projéteis de vários tipos, incluindo perfurantes de armadura, também chamados AP, projéteis com dispositivos explosivos improvisados e partículas duras, tais como fragmentos e estilhaços.

30 O artigo de resistência balística conforme a invenção

compreende ao menos 2 monocamadas unidirecionais, preferencialmente ao menos 10 monocamadas unidirecionais, mais preferencialmente ao menos 20 monocamadas unidirecionais, ainda mais preferencialmente ao menos 30 ou
5 40 monocamadas unidirecionais e principalmente preferencialmente ao menos 80 monocamadas unidirecionais. A direção torcida de duas monocamadas subseqüentes na pilha difere por um ângulo . O ângulo α é preferencialmente 40 e 135°, mais preferencialmente entre 65 e 115° e
10 principalmente preferencialmente entre 80 e 100°.

Preferencialmente o artigo de resistência balística conforme a invenção compreende uma laminação adicional de material inorgânico selecionado de um grupo consistindo de cerâmica, metal, preferencialmente aço, alumínio, magnésio,
15 titânio, níquel, cromo e ferro e suas ligas, vidro e grafite, ou combinações destes. Particularmente preferido são metais. Neste caso de metal na folha de metal preferencialmente tem um ponto de fusão em ao menos 350°, mais preferencialmente em 500°, principalmente
20 preferencialmente ao menos 600°. Metais viáveis incluem alumínio, magnésio, titânio, cobre, níquel, cromo, berílio, ferro e cobre incluindo suas ligas tais como aço e aço inoxidável e ligas de alumínio com magnésio (desta forma chamados séries alumínio 5000), e ligas de alumínio com
25 zinco e magnésio ou com zinco, magnésio e cobre (desta forma chamados séries alumínio 7000). Nas ditas ligas a quantidade de alumínio, magnésio, titânio e ferro preferencialmente é ao menos 50 %p. Preferencialmente laminas metálicas compreendendo alumínio, magnésio,
30 titânio, níquel, cromo, berílio, ferro incluindo suas

ligas. Mais preferencialmente as laminas metálicas baseadas em alumínio, magnésio, titânio, níquel, cromo, ferro e suas ligas. Isto resulta em um artigo antibalístico leve com boa durabilidade. Ainda mais preferencialmente o ferro e suas ligas em laminas metálicas tendo uma dureza brinell de ao menos 500. Principalmente preferencialmente a lâmina metálica baseada em alumínio, magnésio, titânio e suas ligas. Isto resulta em um artigo antibalístico levíssimo com altíssima durabilidade. Durabilidade nesta aplicação significa a vida útil de uma composição sob condições de exposição ao calor, umidade, luz e radiação UV. Ainda que lâminas de material aprimoradas possam ser posicionadas em qualquer lugar na pilha de monocamadas, o artigo de resistência balística preferido é caracterizado em que o material laminado avançado seja posicionado na saída da pilha de monocamadas, principalmente preferencialmente ao menos na face acertada.

O artigo de resistência balística conforme a invenção preferencialmente compreende lâminas aprimoradas do material inorgânico descrito acima tendo espessura de máximo 100 mm. Preferencialmente a máxima espessura da laminas aprimoradas com material inorgânico seja 75 mm, mais preferencialmente 50 mm, e principalmente preferencialmente 25 mm. Isto resulta no melhor equilíbrio entre peso e propriedades antibalística. Preferencialmente no evento que o material inorgânico aprimorado laminado seja uma lamina metálica, a espessura da lamina aprimorada, preferencialmente uma lamina metálica, é ao menos 0,25 mm, mais preferencialmente ao menos 0,5 mm, e principalmente preferencialmente ao menos 0,75 mm. Isto resulta numa ainda

melhor performance antibalística.

A lâmina aprimorada de material inorgânico pode opcionalmente ser pré-tratada de forma a melhorar a adesão com o folha de material multicamada. Pré-tratamentos
5 viáveis de lâminas aprimoradas incluem tratamentos mecânicos, isto é decapagem ou limpeza da superfície por areia ou desgaste, ataque químico com ácido nítrico e laminação com filme de polietileno.

Em outra configuração do artigo de resistência
10 balística uma camada fixadora, ou seja um adesivo, pode ser aplicado entre a lâmina aprimorada e o folha de material multicamada. Tal adesivo pode compreender uma resina epóxi, uma resina de poliéster, uma resina de poliuretano ou uma resina vinil-éster. Preferencialmente, a camada fixante
15 compreende menos de 30%p do artigo de resistência balística, mais precisamente menos de 20%p, ainda mais preferencialmente menos de 10%p e ainda mais preferencialmente menos que 5%p do artigo de resistência balística.

20 Em outra configuração preferida, a camada fixante pode ainda compreender uma trama ou camada não-tramada de fibra inorgânica, a saber fibra de vidro ou fibra de carbono. Também é possível fixar a lâmina aprimorada do folha de material multicamada por meios mecânicos, tais como
25 parafusos, grampos e anel. No evento do artigo de resistência balística conforme a invenção ser usado em aplicações balísticas onde a ameaças contra projéteis AP podem ser encontradas a lâmina aprimorada preferencialmente compreende uma lâmina metálica revestida com uma camada
30 cerâmica. Neste caminho um artigo antibalístico é obtido

com a seguinte estrutura laminada: camada cerâmica/lâmina metálica/ao menos duas lâminas unidirecionais com a direção das fibras na lâmina unidirecional em um ângulo α para a direção da fibra na lâmina unidirecional adjacente.

5 Materiais cerâmicos viáveis incluem óxido de alumina, óxido de titânio, óxido de silício, carbetos de silício e carbetos de boro. A espessura da camada cerâmica depende do nível de ameaça balística mas geralmente varia entre 2 mm e 30 mm. Este artigo de resistência balística é preferencialmente
10 posicionado de tal forma que a camada cerâmica volte-se para a ameaça balística. Isto dá a melhor proteção contra projéteis AO e fragmentos duros.

A invenção também relaciona um processo de fabricação do artigo de resistência balística compreendendo as etapas:

- 15 (a) Empilhamento de ao menos um folha de material multicamada conforme a invenção e uma lâmina aprimorada de material inorgânico selecionada do grupo consistindo de cerâmica, aço, alumínio, titânio, vidro e grafite, ou combinações destes, e
20 (b) Consolidação das lâminas empilhadas sob elevada temperatura e pressão.

Um processo preferido para fabricação do artigo de resistência balística compreende as etapas:

- (a) Empilhamento de ao menos um folha de material
25 multicamada compreendendo uma pilha consolidada de monocamadas unidirecionais de poliolefina de ultra alto peso molecular estirada, onde a direção da estiramento de duas monocamadas subsequentes da pilha diferem, onde a espessura de ao menos uma monocamada não exceda 50 μm , mais
30 preferencialmente não exceda 29 μm ou ainda tais

preferencialmente não exceda 25µm, e onde a força de ao menos uma monocamada seja ao menos 1.2GPa, 2.0, 2.5 ou 3.0 GPA (ou mais preferencialmente compreendida entre 1.2 GPa e 3 GPa), e uma lâmina aprimorada de material selecionado do grupo compreendendo cerâmica, aço, alumínio, titânio, vidro e grafite, ou combinações destes, e

(b) Consolidação das lâminas empilhadas sob elevada temperatura e pressão.

Consolidação para todos os processos descritos acima pode viavelmente realizado em uma prensa hidráulica. Consolidação intenciona ser um meio para que as monocamadas estejam relativamente firmes fixadas umas as outras para formar uma unidade. A temperatura durante a consolidação geralmente é controlada através da temperatura da prensa.

Uma temperatura mínima geralmente é escolhida de forma que uma velocidade razoável de consolidação seja obtida. A este respeito 80° é um viável limite inferior de temperatura, preferencialmente este limite inferior seja ao menos 100°, mais preferencialmente ao menos 120°, principalmente mais preferencialmente ao menos 140°. Uma temperatura máxima é escolhida abaixo da temperatura na qual as monocamadas de polímero estirado perdem suas altas propriedades mecânicas devido a fusão. Preferencialmente a temperatura seja ao menos 10°, preferencialmente ao menos 15° e ainda mais preferencialmente ao menos 20° abaixo da temperatura de fusão do polímero monocamada estirado. NO caso da monocamada do polímero estirado não exibir uma temperatura de fusão clara, a temperatura na qual o polímero monocamada estirado começa a perder suas propriedades mecânicas deve ser lida ao invés da temperatura de fusão. No caso do

preferido polietileno de ultra alto peso molecular, a temperatura abaixo 149°, preferencialmente abaixo 145° geralmente será escolhida. A pressão durante a consolidação é preferencialmente de ao menos 7MPa, mais
5 preferencialmente de ao menos 15 MPa, e ainda mais preferencialmente ao menos 20 MPa e principalmente preferencialmente ao menos 35 MPa. Neste caminho um artigo antibalístico rígido é obtido. O tempo ótimo para consolidação geralmente varia de 5 a 120 minutos,
10 dependendo das condições tais como temperatura, pressão e espessura das partes e pode ser verificado através rotinas de experimentação. No evento de artigos antibalísticos curvados serem produzidos pode ser uma vantagem primeiro pré-formar a lamina aprimorada do material na forma
15 desejada, seguindo da consolidação com monocamadas e/ou multicamadas de material laminado.

Preferencialmente, de forma a obter uma elevada resistência balística, resfriamento após moldagem via compressão a altas temperaturas é conduzida sob pressão da
20 mesma forma. Pressão é preferencialmente mantida ao menos até a temperatura ser suficientemente baixa para prevenir relaxação. Esta temperatura pode ser estabelecida por alguém habilidoso na arte. Quando o artigo balístico resistente compreendendo monocamadas de polietileno de
25 ultra alto peso molecular é fabricado, temperaturas de compressão típicas variam de 90 a 150°C, preferencialmente de 115 a 130°. Pressões de compressão típicas variam entre 10 a 40 MPa, mais preferencialmente 11 a 35 MPa e ainda mais preferencialmente 11 a 25 MPa, mais preferencialmente
30 12 a 16 MPa, onde tempos de compressão são tipicamente

entre 20, preferencialmente 40 minutos a 180 minutos.

A folha de material multicamada e artigo antibalístico da presente invenção são particularmente vantajosos sobre materiais antibalísticos previamente conhecidos uma vez que
5 eles providenciam um nível aumentado de proteção que os artigos conhecidos a um peso baixo. Além da resistência balística, propriedades incluem no caso estabilidade térmica, tempo de prateleira, resistência à deformação, capacidade ligante para com outros materiais laminados,
10 capacidade de assumir formas, e assim por diante.

Métodos de testes são referidos na presente aplicação (exceto se indicado o contrário), são os seguintes:

-Viscosidade intrínseca (IV) é determinada conforme método PTC-179 (Hercules Inc. Ver. Abr. 29, 1982) a 135°C em
15 decalina, o tempo de dissolução sendo 16 horas, com DBPC como anti-oxidante na quantidade de 2g/l em solução. Por extrapolação a viscosidade é mensurada em diferentes concentrações até concentração zero.

- -Propriedades tensoras (mensuradas a 25°): força tensora
20 (ou força), coeficiente de tensão (ou coeficiente) e alongação e quebra (ou eab) são definidos e determinados em fios multifilamentados conforme especificado na ASTM D885M, usando um comprimento nominal padrão e fibra de 500 mm, uma velocidade transversal de 50%/min. Na base da mensuração da
25 curva tensão-deformação o modulo é determinado como o gradiente entre 0,3 e 1% de deformação. Para calculo do coeficiente e força, as forças tensoras mensuradas são divididas por título, sendo determinado pesando 10 metros de fibra, valores em GPa são calculados assumindo uma
30 densidade de 0.97 g/cm³. Propriedades tensoras de filmes

finos são mensuradas em conformidade com Isso 1184(H).

A invenção é agora explicada ainda mais pelo uso dos seguintes exemplos e experimentos comparativos, sem ser limitado até aqui.

5 Exemplo e experimentos comparativos

Exemplo - Produção da fita

Um polietileno de ultra alto peso molecular com viscosidade intrínseca de 20 foi misturado para tornar-se uma suspensão de 7%p com decalina. A suspensão foi
10 alimentada numa extrusora e misturada a um a temperatura de 170° para produzir um gel homogêneo. O gel foi então alimentado através de uma matriz com fenda, o gel foi esfriado em banho de água, assim criando uma fita-gel. A fita gela foi esticada por um fator de 3.8 após o qual a
15 fita foi seca em um forno consistindo de duas partes a 50° e 80° até que a quantidade de decalina fosse inferior a 1%. A fita gel seca foi esticada subsequente em um forno a temperatura de 140°, com um taxa de esticamento de 5.8, seguida por uma segunda etapa de esticamento em um forno á temperatura de
20 150° para atingir uma espessura final de 18 micrometros

Testando o desempenho da fita

As propriedades tensoras da fita foram testadas por estiramento da fita a uma freqüência de 38 estiramentos/metro para formar uma estrutura estreita que é
25 testada como um fio normal. Destes adicionais estão em conformidade com a ASTM D885M, usando um comprimento nominal padrão de fibra de 500 mm, uma velocidade transversal de 50%/min e 2714 apertos, do tipo de garra para fibra D5618C

30 **Exemplo: Produção de painéis de armadura de fitas**

Uma primeira camada de fita foi posicionada, com fitas paralelas adjacentes umas as outras. Uma segunda camada de fitas paralelas foi posicionada sobre a primeira camada, sendo que as direções das fitas da segunda camada estavam
5 perpendiculares a direção das fitas da primeira camada. Subseqüentemente, uma terceira camada foi posicionada sobre a segunda camada, novamente perpendicular a segunda camada, A terceira camada foi posicionada com uma pequena defasagem (cerca de 5mm) comparando-se com a primeira camada. Esta
10 defasagem foi aplicada para minimizar uma possível acumulação de bordas de fitas em uma certa localização. Uma quarta camada foi posicionada perpendicular a terceira camada, com uma pequena defasagem comparando-se com a segunda camada. O procedimento foi repetido até uma
15 densidade de área (AD) de 2.57 kg/m^2 foi atingida. As pilhas de camadas de fitas foi movido para uma prensa em prensado a temperatura de 145°C e uma pressão de 300 Bar por 65 minutos. Resfriamento foi realizado sob pressão até que uma temperatura de 80° foi atingida. Nenhum agente
20 fixante foi aplicado nas fitas. Contudo, as pilhas foram fundidas em uma placa rígida e homogênea de $800 \times 400 \text{ mm}$.

Testes de desempenho de painéis armadurados

As placas armaduras foram sujeitadas a testes de tiro realizados com projéteis 9 mm parabellum. Os testes
25 foram realizados com o propósito de determinar a V50 e/ou energia absorvida (E-abs). V50 é a velocidade na qual 50% dos projéteis penetrarão na placa armadura. Os procedimentos para teste foram como se segue. O primeiro projétil foi disparado a uma antecipada velocidade V50. A
30 velocidade real foi mensurada pouco antes do impacto. Se o

projétil foi parado, um próximo projétil foi disparado a uma velocidade aproximadamente 10% superior. Se este perfurava, o próximo projétil foi disparado com uma velocidade cerca de 10% menor. A velocidade real do impacto sempre foi mensurada. V50 foi a média dos 2 mais altos parados e dos dois mais baixos perfurados. A performance da armadura foi também determinada via calculo da energia cinética do projétil a V50 e dividindo este pelo AD da placa (E-abs).

10

Resultados

Exemplo, Experimento comparativo	V50 m/s	E-abs J (kg/m ²)	Espessura µm	Força GPa
1	526	388	18	2.2
A	423	250	65	3.7

15

Experimento comparativo A foi realizado em lâminas formadas com fibras unidirecionais de polietileno de ultra alto peso molecular disponível comercialmente (UHMWPE). As fibras foram impregnadas e fixadas juntas com 20%p de polímero termoplástico. A força das monocamadas no experimento comparativo A foi 2.8 GPa, o qual é a força das fibras vezes a fibra contida na monocamada. As monocamadas do experimento comparativo foram comprimidas a cerca de 125° sob 165 bar de pressão por 65 minutos para produzir uma lâmina com a densidade de área requerida. A espessura das monocamadas após compressão foi de 65 microns.

20

Os resultados confirmam que o material laminado multicamada com monocamadas não excedendo 50µm e tendo uma monocamada de força de ao menos 1.2GPa produz inesperadamente performance anti-balística aprimorada

25

comparada com lâminas armaduras produzidas pela lâminas multicamadas baseada em fibras UD convencionais. Em particular, o material multicamada laminar da presente invenção produziu um valor E-abs significativamente superior que uma amostra comparada na arte prévia.

5

REIVINDICAÇÕES

1. Folha de material multicamada caracterizada por compreender uma pilha consolidada de monocamadas unidirecionais de poliolefina de ultra alto peso molecular
5 estirada, onde a direção da estiramento de duas monocamadas subseqüentes da pilha diferem, onde a espessura de ao menos uma monocamada não exceda 50µm, e onde a força de ao menos uma monocamada seja ao menos 1.2GPa.

2. Material laminado, de acordo com a reivindicação 1,
10 caracterizado pelo fato de que a força de ao menos uma monocamada esteja compreendida entre 1.2GPa e 3GPa.

3. Material laminado, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a força de ao menos uma monocamada seja ao menos 3GPa.

154 4. Material laminado, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a espessura de ao menos uma monocamada seja maior que 10µm.

5 Material laminado, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a espessura de ao
20 menos uma monocamada não exceda 29µm.

6. Material laminado, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que a espessura de ao menos uma monocamada esteja compreendida entre 3 e 29µm.

7. Material laminado, de acordo com a reivindicação 1
25 ou 2, caracterizado pelo fato de que a força de ao menos uma monocamada esteja compreendida entre 1.5 e 2.6 GPa.

8 Material laminado, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que a força de ao menos uma monocamada esteja compreendida entre 1.8 e 2.4 GPa.

30 9. Material laminado, de acordo com quaisquer uma das

reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 ou 8, caracterizado pelo fato de que a poliolefina compreende polietileno de ultra alto peso molecular.

10. Material laminado, de acordo com quaisquer uma das
5 reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 ou 9, caracterizado pelo fato de que a força por razão de espessura é ao menos 4×10^{13} N/m³.

11. Material laminado, de acordo com quaisquer uma das
reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 ou 10,
10 caracterizado pelo fato de que a direção de estiramento de duas monocamadas subseqüentes na pilha difira por um ângulo α entre 45 e 135°, e mais preferencialmente entre 80 e 100°.

12. Material laminado, de acordo com quaisquer uma das
15 reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 ou 11, caracterizado pelo fato de que ao menos uma monocamada compreende uma variedade de fitas unidirecionais de poliolefina estirada, alinhadas na mesma direção, onde fitas adjacentes não se sobreponham completamente.

20 13. Material laminado, de acordo com quaisquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 ou 12, caracterizado pelo fato de que ao menos uma monocamada compreende uma variedade de fitas unidirecionais de poliolefinas estiradas, alinhadas tal que formem uma trama
25 de tecido.

14. Artigo de resistência balística caracterizado por compreender um material laminado, de acordo com quaisquer um das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 ou 10.

15. Artigo de resistência balística, de acordo com a
30 reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que

compreendeao menos 10 monocamadas unidirecionais.

16. Artigo de resistência balística, de acordo com a reivindicação 11 ou 12, caracterizado pelo fato de que compreende uma lâmina aprimorada de material selecionado de um grupo consistindo de cerâmica, aço, alumínio, magnésio, titânio, níquel, cromo e ferro e suas ligas, vidro e grafite, ou combinações destes.

17. Artigo de resistência balística, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que uma lâmina aprimorada de material é posicionada no exterior da pilha de monocamadas e ao menos uma na face atingida.

18. Artigo de resistência balística, de acordo com a reivindicação 13 ou 14, caracterizado pelo fato de que a espessura da lâmina aprimorada com material inorgânico é de no máximo 50 mm.

19. Artigo de resistência balística, de acordo com quaisquer uma das reivindicações 13, 14 ou 15, caracterizado pelo fato de que uma camada fixante está presente entre a lâmina de material aprimorado e a lâmina de material conforme qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 ou 10, a camada fixante compreendendo uma trama ou não na fibra inorgânica.

20. Processo de fabricação de artigo de resistência balística caracterizado pelo fato de que compreende:

(a) Folha de material multicamada empilhado conforme qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 ou 10 e lâmina de material selecionado de grupo consistido de cerâmica, aço, alumínio, titânio, vidro e grafite, ou combinações destes, e

(b) Consolidação das lâminas empilhadas sob temperatura

e pressão.

21. Processo para preparação de fita de polietileno caracterizado pelo fato de que compreende: extrusão de uma solução de polietileno tendo uma viscosidade intrínseca
5 (mensurada em decalin a 135°) entre cerca de 4dl/g e 40 dl/g através de uma abertura tendo altura de ao menos 200 micrômetros e tendo uma razão de comprimento largura de ao menos 200; esticando o produto fluido acima da temperatura na qual o gel será formado; esfriando o produto fluido em
10 um banho consistindo de um líquido imiscível para formar um produto gel, esticando o produto gel, removendo o solvendo do produto gel e, opcionalmente esticando o produto gel, a razão total de esticamento sendo ao menos 20.

22. Processo, de acordo com a reivindicação 21,
15 caracterizado pelo fato de que a solução compreende entre 5 e 30%p de polietileno e uma razão total de esticamento de ao menos 40.

23. Fita ou filme de polietileno caracterizado pelo fato de que é possível de obter via método conforme
20 qualquer uma das reivindicações 20, 21 ou 22.

FOLHA DE MATERIAL MULTICAMADA E PROCESSO DE PREPARAÇÃO

A invenção é relaciona-se a uma lâmina de material multicamada compreendendo pilhas de monocamadas unidirecionais de poliolefinas de alto peso molecular ultra
5 estirado. A direção da estiramento de duas monocamadas subsequentes na pilha difere. Comumente a espessura de ao menos uma monocamada não excede 50 μm , e a força de ao menos uma monocamada esteja compreendida entre 1,2 GPa e 3 GPa. A invenção também se relaciona com um artigo de
10 resistência balística consistido de folha de material multicamada e com o processo para preparação do artigo de resistência balística.