



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 1006343-9 B1



(22) Data do Depósito: 30/03/2010

(45) Data de Concessão: 01/02/2022

(54) Título: MÉTODOS DE PREPARAÇÃO DE UMA MANTA E DE UMA MANTA DE ELETRETO E MEIO FILTRANTE À BASE DE ELETRETO

(51) Int.Cl.: D04H 3/14; D04H 3/16; D04H 1/42.

(30) Prioridade Unionista: 03/04/2009 US 61/166,411.

(73) Titular(es): 3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY.

(72) Inventor(es): FUMING B. LI; DAVID A. OLSON; JOHN M. BRANDNER; JUSTIN L. KEOUGH; MARVIN E. JONES; JOHN M. SEBASTIAN.

(86) Pedido PCT: PCT US2010029157 de 30/03/2010

(87) Publicação PCT: WO 2010/114820 de 07/10/2010

(85) Data do Início da Fase Nacional: 03/10/2011

(57) Resumo: MÉTODOS DE PREPARAÇÃO DE UMA MANTA E DE UMA MANTA DE ELETRETO E MEIO FILTRANTE À BASE DE ELETRETO. A presente descrição apresenta métodos de preparação de mantas poliméricas que incluem blenda termofusível de resinas termoplásticas e elementos auxiliares de processamento. Os elementos auxiliares de processamento incluem oligômeros de succinimida N-substituídos de amina impedida. As mantas preparadas a partir das blendas podem estar sob a forma de filmes ou mantas não-tecidas fibrosas. São usadas mantas de microfibras de não-tecido como meios filtrantes. Entre as mantas poliméricas produzidas estão as mantas de eletreto. Os elementos auxiliares de processamento funcionam também como aditivos acentuadores de carga para as mantas de eletreto.

“MÉTODOS DE PREPARAÇÃO DE UMA MANTA E DE UMA MANTA DE ELETRETO E MEIO FILTRANTE À BASE DE ELETRETO”

CAMPO DA INVENÇÃO

[001] A presente descrição refere-se a elementos auxiliares ao processamento para preparar mantas, incluindo mantas fibrosas de não-tecido como mantas de microfibra termoplásticas não-tecido, incluindo mantas de eletreto contendo aditivos acentuadores de carga, e a métodos de preparação e uso dos mesmos.

ANTECEDENTES

[002] Vários métodos de processamento são usados para processar materiais poliméricos, especialmente materiais olefínicos poliméricos, para preparar artigos. Muitos desses métodos de processamento envolvem o uso de calor, pressão ou uma combinação de ambos. Exemplos de métodos de processamento usados incluem, por exemplo, extrusão termofusível e modelagem por injeção. Entre os artigos preparados por técnicas de extrusão termofusível estão as mantas poliméricas. Exemplos de mantas poliméricas úteis incluem filmes e mantas fibrosas de não-tecido. Entre os usos de tais mantas poliméricas estão os artigos de eletreto.

[003] Um eletreto é um material dielétrico que tem uma carga elétrica semipermanente. Os eletretos são úteis em uma variedade de dispositivos incluindo, por exemplo, filmes plásticos, filtros para ar, peças faciais filtrantes e respiradores, e como elementos eletrostáticos em dispositivos eletroacústicos como microfones, fones de ouvido e gravadores eletrostáticos.

[004] O desempenho de mantas de microfibra usadas para a filtração de aerossol pode ser aprimorado conferindo-se uma carga elétrica às fibras, formando um material de eletreto. Em particular, eletretos são eficazes em melhorar a captura de partículas em filtros de aerossol. Inúmeros métodos são

conhecidos para a formação de materiais de eletreto em mantas de microfibras. Tais métodos incluem, por exemplo, bombardear fibras produzidas por sopro fundido à medida que saem dos orifícios da matriz, conforme as fibras são formadas, com partículas carregadas eletricamente como elétrons ou íons. Outros métodos incluem, por exemplo, carregar as fibras depois que a manta é formada, através de uma descarga de corona CC ou conferindo-se uma carga ao tapete de fibras através de cardação e/ou agulhagem (tribocarga). Recentemente, foi descrito um método em que jatos de água ou uma corrente de gotículas de água incide sobre uma manta de não-tecido a uma pressão suficiente para fornecer carga de eletreto otimizada da filtração (hidrocarregamento).

SUMÁRIO

[005] Nesta descrição são apresentados métodos de preparação de mantas poliméricas. Entre as mantas poliméricas apresentadas estão as mantas de eletreto.

[006] Em algumas modalidades, é apresentado um método de preparação de uma manta que compreende preparar uma blenda que compreende uma resina termoplástica, e um elemento auxiliar de processamento que compreende um oligômero de succinimida N-substituído de amina impedida, misturar a blenda por termofusão, sendo que a viscosidade do fundido da blenda do elemento auxiliar de processamento e da resina termoplástica é menor que a viscosidade do fundido da resina termoplástica sem o elemento auxiliar de processamento; e formar uma manta a partir da blenda termofundida.

[007] Em algumas modalidades, a manta polimérica é uma manta de eletreto, e o método compreende preparar uma blenda que compreende uma resina termoplástica e um elemento auxiliar de processamento que compreende um oligômero de succinimida N-substituído de

amina impedida, misturar a blenda por termofusão, formar uma manta a partir da blenda termofundida, e carregar a manta eletrostaticamente.

[008] A presente invenção refere-se também a um meio filtrante de eletreto que compreende uma manta de microfibras de não-tecido que compreende uma blenda de uma resina termoplástica, e um aditivo acentuador de carga que compreende um oligômero de succinimida N-substituído de amina impedida.

DESCRIÇÃO DETALHADA

[009] A presente invenção descreve métodos de preparação de mantas poliméricas que são blendas de resinas termoplásticas e um elemento auxiliar de processamento. Tipicamente, as resinas termoplásticas são materiais poliolefinicos. Os elementos auxiliares de processamento permitem a formação mais fácil da manta. O elemento auxiliar de processamento é um oligômero de succinimida N-substituído de amina impedida. Quando são utilizados elementos auxiliares de processamento para preparar mantas de eletreto, os elementos auxiliares de processamento fornecem, também, mantas que podem ter propriedades aprimoradas em relação às mantas preparadas apenas com resinas termoplásticas. Dessa forma, o elemento auxiliar de processamento não só auxilia no processamento da resina termoplástica, mas também serve como um aditivo acentuador de carga na manta de eletreto formada.

[010] As mantas poliméricas podem ser em uma variedade de formas. Por exemplo, a manta pode ser um filme contínuo ou descontínuo, ou uma manta fibrosa. Mantas fibrosas são particularmente úteis para a formação de artigos de eletreto, como meios filtrantes. Em algumas modalidades, a manta é uma manta de microfibras não-tecida. Tipicamente, as microfibras têm de 1-100 micrômetros, ou, mais tipicamente, de 2-30 micrômetros de diâmetro efetivo (ou diâmetro médio se medidas por meio de um método como microscopia

eletrônica de varredura) e sendo necessário que as microfibras tenham uma seção transversal circular.

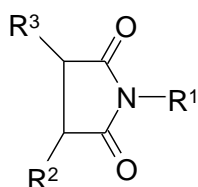
[011] Os termos "um", "uma", "a" e "o" são usados de maneira intercambiável com "pelo menos um" para representar um ou mais dos elementos sendo descritos.

[012] O termo "eletreto" refere-se a um material que exibe uma carga elétrica semipermanente.

[013] Para uso na presente invenção, o termo "oligômero" refere-se a um composto com um número limitado de unidades de repetição. Isso contrasta com um polímero que, ao menos em princípio, contém um número ilimitado de unidades de repetição. Em geral, os oligômeros contêm de 1 a 100 unidades de repetição.

[014] O termo "amina impedida" refere-se a grupos amina que são estericamente impedidos por grupos substituintes. Exemplos de aminas impedidas são descritas, por exemplo, na patente US 3.925.376 (Chalmers et al.).

[015] O termo "succinimida" refere-se a uma imida heterocíclica com a estrutura geral da fórmula 1:



Fórmula 1

em que R¹, R² e R³ são todos átomos de hidrogênio. O termo "succinimida N-substituída" refere-se às moléculas da fórmula 1 em que R¹ é um grupo além de hidrogênio.

[016] Para uso na presente invenção, os termos "poliolefina" e "poliolefínico" quando utilizados para discutir polímeros, refere-se a polímeros preparados a partir de monômeros de olefina ou alceno. Polímeros de

poliolefina incluem polímeros à base de polipropileno, polietileno, poli-4-metil-1-penteno, olefinas policíclicas, e similares.

[017] Para uso na presente invenção, os termos "à base de prolileno" e "à base de polipropileno" quando utilizados para discutir polímeros, incluem homopolímeros de polipropileno e copolímeros contendo prolileno nos quais prolileno é o componente principal.

[018] O termo "alquila" refere-se a um grupo monovalente que é um radical de um alceno, que é um hidrocarboneto saturado. A alquila pode ser linear, ramificada, cíclica, ou combinações das mesmas, e tem, tipicamente, de 1 a 20 átomos de carbono. Em algumas modalidades, o grupo alquila contém de 1 a 18, de 1 a 12, de 1 a 10, de 1 a 8, de 1 a 6, ou de 1 a 4 átomos de carbono. Exemplos de grupos alquila incluem, mas não se limitam a, metila, etila, n-propila, isopropila, n-butila, isobutila, ter-butila (t-butila), n-pentila, n-hexila, cicloexila, n-heptila, n-octila e etil hexila.

[019] O termo "alquenila" refere-se a um grupo monovalente que é um radical de um alceno, que é um hidrocarboneto com pelo menos uma ligação dupla carbono-carbono. O alquenila pode ser linear, ramificado, cíclico ou combinações dos mesmos e contém, tipicamente, 2 a 20 átomos de carbono. Em algumas modalidades, o alquenila contém 2 a 18, 2 a 12, 2 a 10, 4 a 10, 4 a 8, 2 a 8, 2 a 6 ou 2 a 4 átomos de carbono. Os grupos alquenila exemplificadores incluem etenil, n-propenila e n-butenila.

[020] O termo "alquinila" refere-se a um grupo monovalente que é um radical de um alcino, que é um hidrocarboneto com pelo menos uma ligação tripla carbono-carbono. O alquinila pode ser linear, ramificado, cíclico ou combinações dos mesmos e contém, tipicamente, 2 a 20 átomos de carbono. Em algumas modalidades, o alquinila contém 2 a 18, 2 a 12, 2 a 10, 4

a 10, 4 a 8, 2 a 8, 2 a 6 ou 2 a 4 átomos de carbono. Os grupos alquinila exemplificadores incluem etinil, n-propinila e n-butinila.

[021] O termo "heteroalquila" refere-se a um grupo alquila que contém heteroátomos. Estes heteroátomos podem ser átomos pendentes, por exemplo, halogênios como flúor, cloro, bromo ou iodo ou átomos de catenário como nitrogênio, oxigênio ou enxofre. Um exemplo de um grupo heteroalquila é um grupo polióxi alquila como $-\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OCH}_2\text{CH}_3$.

[022] O termo "alquila substituído" refere-se a um grupo alquila que contém substituintes ao longo da cadeia principal de hidrocarboneto. Estes substituintes podem ser grupos alquila, grupos heteroalquila ou grupos arila. Um exemplo de um grupo alquila substituído é um grupo benzila.

[023] O termo "arila" refere-se a um grupo carbocíclico aromático, que é um radical contendo de 1 a 5 anéis que podem ser conectados ou fundidos. O grupo arila pode ser substituído por grupos alquila ou heteroalquila. Os exemplos de grupos arila incluem grupos fenila, grupo naftalenos e grupo antracenos.

[024] O termo "alquilenos" refere-se a um grupo divalente que é um radical de um alcano, que é um hidrocarboneto saturado. O alquilenos pode ser linear, ramificado, cíclico, ou combinações dos mesmos e tem, tipicamente, de 1 a 20 átomos de carbono. Em algumas modalidades, o grupo alquilenos contém de 1 a 18, de 1 a 12, de 1 a 10, de 1 a 8, de 1 a 6, ou de 1 a 4 átomos de carbono. Exemplos de grupos alquilenos incluem, mas não se limitam a, metileno ($-\text{CH}_2-$), etileno ($-\text{CH}_2\text{CH}_2-$), e similares. Os grupos alquilenos podem ser substituídos por alquila, arila, heteroalquila, alquila substituído ou grupos arila substituído.

[025] Os termos "polímero" e "material polimérico" referem-se a ambos os materiais preparados a partir de um monômero como um homopolímero, ou a materiais preparados a partir de dois ou mais monômeros

como um copolímero, um terpolímero, ou similares. Semelhantemente, o termo "polimerizar" refere-se ao processo para produção de material polimérico que pode ser um homopolímero, copolímero, terpolímero, ou similares. Os termos "copolímero" e "material copolimérico" referem-se a um material polimérico preparado a partir de pelo menos dois monômeros.

[026] O termo "temperatura ambiente" é usado para representar temperaturas na faixa de 20°C a 25°C.

[027] O termo "processável a quente", para uso na presente invenção, refere-se a uma composição que pode se transformar, por exemplo, através de calor e pressão, de um sólido para um fluido viscoso. A composição deve ser capaz de ser processada por termofusão sem ser substancialmente transformada quimicamente ou tornar-se inútil para a aplicação pretendida.

[028] Exceto onde indicado em contrário, todas as referências numéricas que expressam atributos de tamanhos, quantidades e propriedades físicas usadas no relatório descritivo e nas reivindicações devem ser compreendidas no sentido de serem modificadas em todas as instâncias pelo termo "cerca de". Consequentemente, exceto onde indicado em contrário, os números estabelecidos são aproximações que podem variar dependendo das propriedades desejadas, usando-se as técnicas aqui apresentadas.

[029] Mantas poliméricas são tipicamente preparadas por processos de termofusão, incluindo técnicas de microfibras sopradas (BMF). Nos processos de termofusão que utilizam uma extrusora de rosca dupla, resinas termoplásticas e aditivos desejados são adicionados à extrusora aquecida, submetidos a calor, pressão e forças de cisalhamento no interior da extrusora e, então, deixam a extrusora através de uma matriz. As propriedades materiais das resinas termoplásticas determinam a temperatura, a configuração de rosca, e velocidade da rosca adequada para extrusão das resinas, e, portanto, ditam a velocidade de extrusão que pode ser alcançada usando-se tal resina. Em

alguns processos de extrusão por termofusão são adicionados elementos auxiliares de processamento que reduzem a viscosidade do fundido da resina fundida e, portanto, podem proporcionar maior velocidade, menores temperaturas de processamento, ou mesmo a capacidade de utilizar resinas que, de outro modo, não poderiam ser usadas.

[030] Os elementos auxiliares de processamento da presente descrição, quando utilizados com resinas termoplásticas poliolefínicas, reduzem a viscosidade do fundido das resinas termoplásticas fundidas e, portanto, permitem um processamento mais fácil. Tipicamente, a redução em viscosidade do fundido fornece três benefícios para auxiliar a controlar a reologia dos materiais durante o processamento. Esses três benefícios são: a capacidade de produzir mantas poliméricas mais rapidamente; a capacidade de processar materiais a uma temperatura mais baixa do que seria de outro modo possível sem o elemento auxiliar de processamento; e a capacidade de usar materiais que de outro modo não seriam processáveis de modo prático.

[031] Em geral, a resina termoplástica é uma resina termoplástica poliolefínica. O uso do elemento auxiliar de processamento causa uma redução na viscosidade do fundido da resina termoplástica poliolefínica. Tipicamente, a última zona da extrusora de rosca dupla é a zona de temperatura mais alta. É desejável que essa temperatura seja tão baixa quanto possível. Em algumas modalidades, a resina termoplástica poliolefínica é à base de polipropileno. Nessas modalidades, os benefícios do elemento auxiliar de processamento são tipicamente mais pronunciados. Tipicamente, muitas resinas termoplásticas à base de polipropileno são processadas por termofusão a uma temperatura de cerca de 200-400°C, mais tipicamente de 250-350°C. Quando o elemento auxiliar de processamento é usado, a viscosidade do fundido da resina termoplástica a uma temperatura de cerca de 290°C ou mais alta é drasticamente reduzida em relação à viscosidade da resina termoplástica usada separadamente. Em algumas modalidades, a viscosidade do

fundido a uma dada temperatura é reduzida em 20%, 30%, ou mesmo 50% ou mais em relação à viscosidade da resina termoplástica sem elemento auxiliar de processamento. Essa redução drástica da viscosidade na faixa desejada de temperaturas de processamento permite maior velocidade de processamento. A velocidade de processamento para produzir mantas poliméricas é às vezes chamada de "velocidade" para descrever a taxa segundo a qual os materiais podem passar através do processo de extrusão e produzir mantas poliméricas. Aumentar a velocidade permite que a preparação de mantas seja feita a uma taxa maior, resultando em mantas aprimoradas, custos reduzidos, ou ambos.

[032] Além de aumentar a velocidade de processamento, o uso do elemento auxiliar de processamento pode também permitir o uso de processamento à temperatura mais baixa do que seria de outro modo possível, ou o uso de materiais que, de outro modo, não poderiam ser utilizados. Alguns graus de polímeros à base de polipropileno não podem ser processados na faixa desejada de temperaturas de processamento descritas acima. Alguns desses materiais exigem temperaturas muito mais altas, de até 400°C ou mais, para produzir uma viscosidade processável. Essas temperaturas não são práticas ou mesmo impossíveis de serem alcançadas para a preparação de mantas poliméricas. O uso do elemento auxiliar de processamento pode reduzir as temperaturas necessárias para processar esses materiais e permitir que os materiais sejam utilizados em processos em que, de outro modo, não poderiam ser úteis. Por exemplo, o uso de um polipropileno de baixo fluxo de material fundido, como um material com um índice de fluxo de material fundido menor que 25, para produzir microfibras sopradas com um diâmetro eficaz da fibra de 10 micrômetros ou menos, seria comercialmente impraticável sem o uso de um elemento auxiliar de processamento.

[033] Sem ater-se à teoria, acredita-se que o elemento auxiliar de processamento cause uma queda no peso molecular do material à base

de polipropileno, que permite a queda de viscosidade do fundido. Esse efeito é bastante pronunciado na preparação de mantas de eletreto, especialmente mantas de microfibra de eletreto preparadas por processos de produção por extrusão em blocos com passagem de ar quente em alta velocidade (meltblown). Com os processos de "melt-blown", é desejada uma viscosidade do fluxo de material fundido relativamente baixa para formar fibras com um diâmetro eficaz da fibra na faixa de 1-100 micrômetros, especialmente para formar fibras com um diâmetro eficaz da fibra menor que 10 micrômetros.

[034] Materiais à base de peróxido poderiam ser usados como elementos auxiliares de processamento para reduzir a viscosidade do fluxo de material fundido de polímeros olefínicos, especialmente polipropileno, mas elementos auxiliares de processamento à base de peróxido são mais problemáticos devido às questões inerentes de segurança e manuseio associadas aos peróxidos. Uma vantagem adicional dos elementos auxiliares de processamento da presente descrição é que, além de mais seguros de manusear e usar, eles podem agir em muitas situações como antioxidantes, fornecendo um benefício adicional à manta de polímero formada.

[035] Como em algumas modalidades os materiais usados como elementos auxiliares de processamento nesta descrição são vendidos como estabilizantes poliméricos, é surpreendente que funcionem como elementos auxiliares de processamento for polímeros olefínicos. Ainda mais surpreendente é o fato de que esses elementos auxiliares de processamento não apenas auxiliam no processamento de mantas poliméricas, incluindo mantas de eletreto, mas funcionam também como aditivos acentuadores de carga para as mantas de eletreto.

[036] Entre as mantas poliméricas úteis que podem ser preparadas pelos métodos da presente descrição estão as mantas de eletreto.

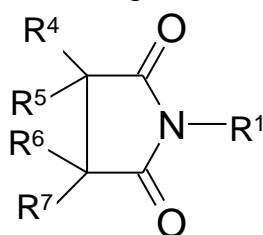
As mantas de eletreto da presente descrição compreendem resinas termoplásticas e elementos auxiliares de processamento que são mesclados e extrudados. Esses elementos auxiliares de processamento oferecem o recurso adicional inesperado de agirem como aditivos acentuadores de carga nas mantas de eletreto formadas.

[037] As resinas termoplásticas úteis na preparação de mantas de eletreto incluem qualquer polímero termoplástico não-condutor capaz de reter uma alta quantidade de carga eletrostática aprisionada quando formado em uma manta e carregado. Tipicamente, tais resinas têm uma resistividade CC (corrente contínua) maior que 10^{14} ohm-cm, na temperatura de uso pretendido. Polímeros capazes de adquirir uma carga aprisionada incluem poliolefinas como polímeros à base de polipropileno, polietileno, olefinas policíclicas, e poli-4-metil-1-penteno; cloreto de polivinila, poliestireno, policarbonatos; poliésteres, incluindo polilactidas; e polímeros e copolímeros perfluorinados. Materiais particularmente úteis incluem polímeros à base de polipropileno, poli-4-metil-1-penteno, olefinas policíclicas, blendas dos mesmos ou copolímeros formados a partir de ao menos um de prolileno e 4-metil-1-penteno.

[038] Em geral, polímeros termoplásticos úteis para a presente descrição são caracterizados pela descrição do "índice de fluxo de material fundido". O índice de fluxo de material fundido (IFM) é uma medida da facilidade de fluxo do material fundido de um polímero termoplástico. O índice é definido como a massa do polímero em gramas que flui em 10 minutos através de um capilar de diâmetro e comprimento específicos em função da pressão aplicada via pesos gravimétricos alternativos prescritos para temperaturas alternativas prescritas. O método é fornecido nos padrões ASTM D1238 e ISO 1133. Tipicamente, o índice de fluxo de material fundido do polipropileno é medido a uma temperatura de 230°C.

[039] Exemplos de resinas termoplásticas adequadas incluem, por exemplo, as resinas de polipropileno: ESCORENE PP 3746G, disponível comercialmente junto à Exxon-Mobil Corporation, Irving, TX, EUA; TOTAL PP3960, TOTAL PP3860 e TOTAL PP3868, disponíveis comercialmente junto à Total Petrochemicals USA Inc., Houston, TX, EUA; e METOCENE MF 650W, disponível comercialmente junto à LyondellBasell Industries, Inc., Rotterdam, Holanda; a resina de poli-4-metil-1-penteno: TPX-MX002, disponível comercialmente junto à Mitsui Chemicals, Inc., Tóquio, Japão; e a resina de olefina policíclica: TOPAS-6013, disponível comercialmente junto à TOPAS Advanced Polymers, Frankfurt, Alemanha.

[040] Os elementos auxiliares de processamento são oligômeros de succinimida N-substituídos de amina impedida. Os oligômeros de succinimida N-substituídos de amina impedida podem ser descritos como tendo unidades de repetição com a estrutura geral da fórmula 2, mostrada abaixo:



Fórmula 2

em que o grupo R^1 compreende um grupo de amina impedida;

os grupos R^4 e R^7 compreendem, independentemente, alquilenos ou grupos de ligação de alquilenos substituídos, ligando-se a outro anel de succinimida, ou são grupos de terminais de alquila;

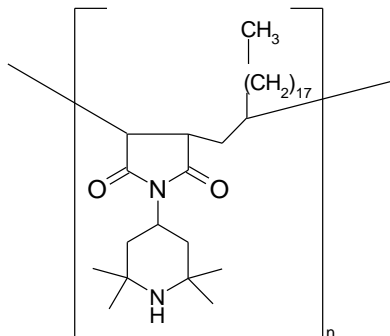
os grupos R^5 e R^6 compreendem, independentemente, um átomo de hidrogênio, um alquila, um alquênico, um alquínico, um arila, um heteroalquila, um alquila substituído, ou um arila substituído. Em geral, os elementos auxiliares de processamento contêm uma ou mais unidades de

repetição, geralmente 100 ou menos unidades de repetição, ou seja, os grupos R^4 e R^7 ligam-se entre si até 100 unidades da fórmula 2. Em algumas modalidades, o elemento auxiliar de processamento compreende 50, 30 ou menos unidades de repetição, 25 ou menos unidades de repetição, 20 ou menos unidades de repetição, ou mesmo 10 ou menos unidades de repetição.

[041] Vários materiais diferentes que são descritos pela fórmula 2 são úteis como elementos auxiliares de processamento que funcionam, também, como aditivos acentuadores de carga. Tais aditivos são às vezes chamados de "succinimidas" porque quando R^1 , R^4 , R^5 , R^6 e R^7 na fórmula 2 são átomos de hidrogênio, a molécula é conhecida como succinimida. Succinimidas adequadas incluem, por exemplo, succinimidas da fórmula 2 em que R^1 compreende um grupo de amina impedida. Tipicamente, esses grupos amina impedida são grupos cíclicos com grupos alquila que bloqueiam estericamente o nitrogênio da amina.

[042] Os grupos R^5 e R^6 da fórmula 2 podem ser, independentemente, átomos de hidrogênio, alquila, alquenila, alquinila, arila, heteroalquila, alquila substituído, ou grupos arila substituído. Tipicamente, são átomos de hidrogênio. Os grupos R^4 e R^7 compreendem, independentemente, alquilenos ou grupos de ligação de alquilenos substituídos, ligando-se a um outro anel de succinimida ou grupos terminais de alquila. Em algumas modalidades, o elemento auxiliar de processamento que funciona como um aditivo acentuador de carga em que R^1 compreende um anel heterocíclico de 6 elementos alquila substituído como o grupo 2,2,6,6-tetrametil piperidina em que o grupo R^1 é ligado ao átomo N do anel de succinimida na posição 3, 4 ou 5 no anel piperidina. Em uma modalidade particularmente adequada, o elemento auxiliar de processamento que funciona como um aditivo acentuador de carga encontra-se comercialmente disponível como "UVINUL 5050H" junto à BASF, Ludwigshafen, Alemanha. A estrutura desse aditivo é mostrada na fórmula 3 (abaixo). Esse

material tem um peso molecular de 3.000-4.000 gramas/mol, o que implica que o número de unidades de repetição, n , para esse oligômero é cerca de 5-7.



Fórmula 3

[043] Tipicamente, o elemento auxiliar de processamento é mesclado à resina termoplástica em proporções de até cerca de 10%, mais tipicamente na faixa de 0,1 a 5%, em peso, com base no peso total da blenda. Em algumas modalidades, o elemento auxiliar de processamento está presente em uma quantidade que varia de 0,1 a 3%, em peso, ou de 0,25 a 2%, em peso.

[044] A blenda da resina termoplástica e o elemento auxiliar de processamento podem ser preparados por métodos bem conhecidos. Tipicamente, a blenda é processada com o uso de técnicas de extrusão por fusão, de modo que a blenda pode ser pré-mesclada para formar péletes em um processo por lotes, ou a resina termoplástica e o elemento auxiliar de processamento podem ser misturados na extrusora de rosca dupla em um processo contínuo. Quando é utilizado um processo contínuo, a resina termoplástica e o elemento auxiliar de processamento podem ser pré-misturados como sólidos ou adicionados separadamente na extrusora de rosca dupla e deixados misturar no estado fundido.

[045] Exemplos de misturas de material fundido que podem ser usadas para formar péletes pré-misturados incluem aquelas que fornecem mistura dispersiva, mistura distributiva, ou uma combinação de misturas

dispersivas e distributivas. Os exemplos de métodos por lote incluem aqueles que usam uma extrusora BRABENDER (por exemplo, uma BRABENDER PREP CENTER, disponível comercialmente junto à C.W. Brabender Instruments, Inc.; South Hackensack, NJ, EUA) ou mistura interna BANBURY e equipamento de fresagem laminadora (por exemplo, equipamento disponível junto à Farrel Co.; Ansonia, CT, EUA). Após a mistura por lote, a mistura criada pode ser imediatamente arrefecida e armazenada abaixo da temperatura de fusão da mistura para processamento subsequente.

[046] Exemplos de métodos contínuos incluem extrusão por rosca única, extrusão por rosca gêmea, extrusão por disco, extrusão recíprocante por rosca única e extrusão cônica por rosca única. Os métodos contínuos podem incluir a utilização de elementos distributivos, como misturadores de transferência de cavidade (por exemplo, CTM, disponível comercialmente junto à RAPRA Technology, Ltd., de Shrewsbury, Inglaterra) e elementos misturadores cônicos, elementos misturadores estáticos ou elementos misturadores dispersivos (disponíveis comercialmente junto à, por exemplo, elementos misturadores MADDOCK ou elementos misturadores SAXTON).

[047] Exemplos de extrusoras que podem ser usadas para extrudar péletes pré-misturados preparados por um processo por lotes incluem os mesmos tipos de equipamento descritos acima para processamento contínuo. Condições úteis de extrusão são geralmente aquelas que são adequadas para extrudar a resina sem o elemento auxiliar de processamento, embora, conforme anteriormente discutido, o uso do elemento auxiliar de processamento oferece maior flexibilidade na escolha das condições de processamento.

[048] A blenda extrudada de resina termoplástica e o elemento auxiliar de processamento podem ser moldados ou revestidos em filmes ou folhas, ou podem ser produzidos por extrusão em blocos com passagem de ar

quente em alta velocidade (meltblown) em mantas fibrosas de não-tecido com o uso de técnicas conhecidas. As mantas produzidas por extrusão em blocos com passagem de ar quente em alta velocidade (meltblown) não-tecidas são, particularmente útil como meios filtrantes.

[049] Os filtros à base de eletreto microfibrosos não-tecidos produzidos por extrusão em blocos com passagem de ar quente em alta velocidade (meltblown), são especialmente úteis como um elemento de filtro de ar de um respirador, como uma peça facial filtrante, ou para propósitos como ares condicionados residenciais e comerciais, limpadores de ar, aspiradores de pó, filtros de linha de ar médicos e sistemas de ar condicionado para veículos e equipamento comum, como computadores, drive de disco de computador e equipamento eletrônico. Em algumas modalidades, os filtros à base de eletreto são combinados com um conjunto de respirador para formar um dispositivo respiratório projetado para ser usado por uma pessoa. Em aplicações como respirador, os filtros à base de eletreto podem ser sob a forma de respiradores de meia-face moldados, pregueados, ou dobrados, cartuchos substituíveis ou tubos, ou pré-filtros.

[050] As microfibras produzidas por fusão e sopro úteis na presente descrição podem ser preparadas conforme descrito em Van A. Wenté, "Superfine Thermoplastic Fibers", Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, páginas 1342 a 1346 e no relatório nº 4364 dos Naval Research Laboratories, publicado em 25 de maio de 1954, intitulado "Manufacture of Super Fine Organic Fibers" de Van A. Wenté et al.

[051] Microfibras úteis produzidas por fusão e sopro para filtros à base de eletreto fibroso têm, tipicamente, um diâmetro eficaz da fibra de cerca de 1-100 micrômetros, mais tipicamente de 2 a 30 micrômetros, em algumas modalidades de cerca de 7 a 15 micrômetros, conforme calculado de acordo

com o método demonstrado em Davies, C. N., "The Separation of Airborne Dust and Particles", Institution of Mechanical Engineers, Londres, Ata 1B, 1952.

[052] Fibras têxteis também podem estar presentes na manta. A presença de fibras têxteis fornece, em geral, uma manta aerada, menos densa que uma manta de apenas microfibras sopradas. Em geral, não mais que cerca de 90 por cento em peso de fibras têxteis estão presentes, mais tipicamente não mais que cerca de 70 por cento em peso. Exemplos de mantas contendo fibras têxteis são apresentados na patente U.S. nº 4.118.531 (Hauser).

[053] Material particulado absorvente como carvão ativado ou alumina também pode ser incluído na manta. Tais partículas podem estar presentes em quantidades de até cerca de 80 volumes por cento dos conteúdos da manta. Exemplos de mantas carregadas de partículas são descritos, por exemplo, na patente U.S. nº 3.971.373 (Braun), na patente U.S. nº 4.100.324 (Anderson) e na patente U.S. nº 4.429.001 (Kolpin et al.).

[054] Vários aditivos opcionais podem ser mesclados com a composição termoplástica incluindo, por exemplo, pigmentos, fotoestabilizantes, antioxidantes primários e secundários, desativadores de metal, aminas impedidas, fenóis impedidos, sais metálicos de ácidos graxos, fosfitos de triéster, sais de ácido fosfórico, compostos contendo flúor, e combinações dos mesmos. Além disso, outros aditivos acentuadores de carga podem ser combinados com a composição termoplástica. Possíveis aditivos de carga incluem compostos ou oligômeros de triazina orgânicos e termicamente estáveis, sendo que os compostos ou oligômeros contêm ao menos um átomo de nitrogênio além daqueles no anel de triazina; consulte, por exemplo, as patentes U.S. números 6.268.495, 5.976.208, 5.968.635, 5.919.847 e 5.908.598 concedidas para Rousseau et al. Um outro aditivo conhecido como acentuador de eletretos é "CHIMASSORB 944 LF: (poli[[6-(1,1,3,3-tetrametilbutila) amino]-s-triazina-2,4-diila]][(2,2,6,6-tetrametila-4-piperidil) imino] hexametileno [(2,2,6,6-tetrametila-4-

piperidil) imino]]), disponível junto à Ciba Specialty Chemicals, Inc. Os aditivos acentuadores de carga podem ser compostos aromáticos de N-amino substituído, particularmente compostos de triamino substituído, como 2,4,6-trianilino-p-(carbo-2'-etil hexila-1'-óxi)-1,3,5-triazina, comercialmente disponível como "UVINUL T-150" junto à BASF, Ludwigshafen, Alemanha. Outro aditivo de carga é 2,4,6-tris-(octadecilamino)-triazina, conhecido também como tristearil melamina ("TSM"). Exemplos adicionais de aditivos acentuadores de carga são fornecidos no pedido de patente U.S. nº de série 61/058,029, pedido de patente U.S. nº de série 61/058.041, patente U.S. nº 7.390.351 (Leir et al.), patente U.S. nº 5.057.710 (Nishiura et al.), e nas patentes U.S. números 4.652.282 e 4.789.504 (Ohmori et al.).

[055] Além disso, a manta pode ser tratada de modo a modificar quimicamente sua superfície. A fluoração de superfície pode ser realizada colocando-se um artigo polimérico em uma atmosfera que contenha uma espécie contendo flúor e um gás inerte e, então, aplicando-se uma descarga elétrica para modificar a química da superfície do artigo polimérico. A descarga elétrica pode estar sob a forma de um plasma, como uma descarga corona em CA. Esse processo de fluoração por plasma causa o aparecimento dos átomos de flúor sobre a superfície do artigo polimérico. O processo de fluoração por plasma é descrito em inúmeras patentes U.S.: 6.397.458, 6.398.847, 6.409.806, 6.432.175, 6.562.112, 6.660.210, e 6.808.551 para Jones/Lyons et al. Artigos de eletreto que têm uma alta razão de saturação de flúor são descritos na patente U.S. 7.244.291 para Spartz et al., e artigos de eletreto que têm uma baixa razão de saturação de flúor, em conjunto com heteroátomos, são descritos na patente U.S. 7.244.292 para Kirk et al. Outras publicações que apresentam técnicas de fluoração incluem: As patentes U.S. números 6.419.871, 6.238.466, 6.214.094, 6.213.122, 5.908.598, 4.557.945, 4.508.781, e 4.264.750; as Publicações U.S. 2003/0134515 A1 e U.S. 2002/0174869 A1; e a publicação internacional WO 01/07144.

[056] O meio filtrante de eletreto preparado de acordo com a presente descrição tem, em geral, um peso base (massa por unidade de área) na faixa de cerca de 10 a 500 g/m², e em algumas modalidades, cerca de 10 a 100 g/m². Na produção de mantas de microfibra produzidas por extrusão em blocos com passagem de ar quente em alta velocidade (meltblown), o peso base pode ser controlado, por exemplo, alterando-se ou a velocidade do coletor ou a velocidade da matriz. A espessura do meio de filtração é de tipicamente cerca de 0,25 a 20 mm, e em algumas modalidades, cerca de 0,5 a 2 mm. Múltiplas camadas de mantas de eletreto fibroso são comumente usadas em elementos filtrantes. A solidez da manta de eletreto fibroso tipicamente é de cerca de 1% a 25%, mais tipicamente de cerca de 3% a 10%. A solidez é o parâmetro adimensional que define a fração sólida da manta. Em geral os métodos da presente invenção desta descrição fornecem mantas de eletreto com distribuição de carga geralmente uniforme através da manta, sem levar em consideração o peso base, espessura ou solidez do meio. O meio filtrante à base de eletreto e a resina a partir da qual o mesmo é produzido não devem ser submetidos a qualquer tratamento desnecessário que possa aumentar sua condutividade elétrica, por exemplo, exposição à radiação ionizante, raios gama, irradiação ultravioleta, pirólise, oxidação, etc.

[057] A manta de eletreto pode ser carregada enquanto a mesma é formada, ou a manta pode ser carregada depois que a manta é formada. Em meio filtrante de eletreto, o meio é, em geral, carregado após a formação da manta. Em geral, qualquer método de carregamento padrão conhecido na técnica pode ser usado. Por exemplo, a carga pode ser feita em uma variedade de maneiras, incluindo tribocarga, descarga de corona CC ou hidrocarregamento. Pode ser usada também uma combinação de métodos.

[058] Os exemplos de processos de descarga de corona CC adequados são descritos na patente U.S. nº 30.782 (van Turnhout), patente

U.S. n° 31.285 (van Turnhout), patente U.S. n° 32.171 (van Turnhout), patente U.S. n° 4.215.682 (Davis et al.), patente U.S. n° 4.375.718 (Wadsworth et al.), patente U.S. n° 5.401.446 (Wadsworth et al.), patente US n° 4.588.537 (Klaase et al.), patente U.S. n° 4.592.815 (Nakao) e patente U.S. n° 6.365.088 (Knight et al.).

[059] O hidrocarregamento da manta é executado pela incidência de jatos de água ou de uma corrente de gotículas de água na manta a uma pressão suficiente para fornecer à manta uma carga de eletreto otimizada de filtração. A pressão necessária para alcançar resultados ótimos varia dependendo do tipo de aspersor usado, o tipo de polímero a partir do qual a manta é formada, o tipo e concentração de aditivos do polímero, a espessura e densidade da manta e se o pré-tratamento, como tratamento de superfície de corona CC, foi executado antes do hidrocarregamento. Em geral, pressões da água na faixa de cerca de 69 a 3450 kPa (10 a 500 psi) são adequadas. O tratamento de superfície de corona CC pode também ser utilizado como um tratamento pós-hidrocarregamento, se for desejado, mas tal pós-tratamento não é típico.

[060] O jato de água ou a corrente de gotículas de água podem ser fornecidos por qualquer meio de aspersão adequado. Um aparelho útil para entrelaçar hidraulicamente as fibras é, em geral, útil no método da presente descrição, apesar do fato de que a operação é executada a pressões mais baixas no hidrocarregamento do que geralmente usado no hidro-entrelaçamento. Entende-se que o hidrocarregamento inclui o método descrito na patente U.S. n° 5.496.507 (Angadjivand) e outros vários métodos derivados para conferir uma carga de eletreto usando-se o processo de molhagem e desmolhagem de fluido conforme descrito, por exemplo, no Pedido de Patente Japonês n° JP 2002161467 (Horiguchi), no Pedido de Patente Japonês n° JP 2002173866 (Takeda), no Pedido de Patente Japonês n° JP 2002115177 (Takeda), no Pedido

de Patente Japonês nº JP 2002339232 (Takeda), no Pedido de Patente Japonês nº JP 2002161471 (Takeda), na patente Japonesa nº 3.780.916 (Takeda), no Pedido de Patente Japonês nº JP 2002115178 (Takeda), no Pedido de Patente Japonês nº JP 2003013359 (Horiguchi), na patente U.S. nº 6.969.484 (Horiguchi), na patente U.S. nº 6.454.986 (Eitzman), no Pedido de Patente Japonês nº JP 2004060110 (Masumori), no Pedido de Patente Japonês nº JP 2005131485 (Kodama), e no Pedido de Patente Japonês nº JP 2005131484 (Kodama).

[061] O hidrocarregamento da manta pode também ser realizado usando-se um novo método apresentado no pedido de patente US intitulada "Method of Making Electret Articles Based On Zeta Potential" (US nº de série 12/131770) depositado em 6/2/2008. O método compreende: (a) fornecer um artigo polimérico para ser carregado; e (b) colocar o artigo polimérico, a ser carregado, em contato com um líquido aquoso que tem um pH e condutividade da seguinte forma: (i) se o artigo tiver um potencial zeta menor que -7,5 milivolts (mV), então a água em contato tem uma condutividade de cerca de 5 a 9.000 microSiemens por centímetro (microS/cm) e um pH maior que 7; e (ii) se o artigo tiver um potencial zeta maior que -7,5 mV, então a água de contato tem uma condutividade de cerca de 5 a 5.500 microSiemens por centímetro (microS/cm) e um pH de 7 ou menos. O artigo pode ser seco ativamente (com um vácuo ou calor) ou passivamente (secagem por suspensão) ou combinações das mesmas.

[062] A fim de modelar o desempenho de filtração, uma variedade de protocolos de teste de filtração foi desenvolvida. Estes testes incluem medição da penetração de aerossol na manta de filtro usando-se um aerossol de provocação padrão como ftalato de dioctila (DOP), que é geralmente apresentado como a porcentagem de penetração do aerossol através da manta de filtro (% de Pen), e medição da queda de pressão ao longo da manta de filtro (ΔP). A partir dessas duas medições, uma quantidade conhecida como "fator de qualidade" (FQ) pode ser calculada por meio da

seguinte equação:

$$[063] \quad FQ = - \ln(\% \text{ de Pen}/100) / \Delta P,$$

[064] onde \ln corresponde ao logaritmo natural. Um valor de FQ mais alto indica o melhor desempenho de filtração e os valores de FQ menores se correlacionam efetivamente ao desempenho de filtração reduzido. Detalhes para a medição destes valores são apresentados na seção de exemplos. Tipicamente, os meios filtrantes desta descrição possuem valores de FQ de 0,3 (mm de H₂O)⁻¹ ou maiores a uma velocidade de face de 6,9 centímetros por segundo.

[065] Para assegurar que um determinado meio filtrante esteja eletrostaticamente carregado na natureza, pode-se examinar seu desempenho antes e depois da exposição à radiação por raios X ionizante. Conforme descrito na literatura, por exemplo, *Air Filtration* de autoria de R.C. Brown (Pergamon Press, 1993) e "Application of Cavity Theory to the Discharge of Electrostatic Dust Filters by X-Rays", A. J. WAKER e R. C. BROWN, *Applied Radiation and Isotopes*, Vol. 39, nº 7, páginas 677-684, 1988, se um filtro eletrostaticamente carregado for exposto a raios X, a penetração de um aerossol através do filtro será maior após a exposição do que antes da exposição, porque os íons produzidos pelos raios X nas cavidades de gás entre as fibras neutralizam parte da carga elétrica. Dessa forma, pode ser obtido um gráfico da penetração em função da exposição cumulativa a raios X que mostra um aumento contínuo até um nível constante, depois do qual a irradiação adicional não produz alterações. Nesse ponto, toda a carga terá sido removida do filtro.

[066] Essas observações levaram à adoção de outro protocolo de teste para caracterizar o desempenho de filtração: o Teste de Descarga de Raios X. Nesse protocolo de teste, partes selecionadas do meio filtrante a ser testado são submetidas à radiação por raios X para descarregar a manta de eletreto. Um atributo desse teste é a confirmação de que a manta é um eletreto. Sabendo-se

que os raios X neutralizam a carga de eletreto, a exposição de um meio filtrante aos raios X e a medição do desempenho de filtro antes e depois da exposição e a comparação desses desempenhos indicam se o meio filtrante é um eletreto. Se o desempenho de filtro não for alterado após a exposição à radiação por raios X, isso será uma indicação de nenhuma carga foi neutralizada e que o material não é um eletreto. Contudo, se o desempenho de filtro diminuir após a exposição à radiação por raios X, isso será uma indicação de que o meio filtrante é um eletreto.

[067] Quando o teste é executado, tipicamente, o desempenho de filtração é medido antes e depois da exposição do meio filtrante à radiação por raios X. Pode ser calculada uma razão de porcentagem de penetração (% de Pen) de acordo com a seguinte equação: Razão de % de penetração = $(\ln(\% \text{ de penetração de DOP inicial}/100)/(\ln(\% \text{ de penetração de DOP após 60 min de exposição aos raios X}))) \times 100$, quando o teste é feito de acordo com o método do teste de desempenho de filtração, descrito na seção Exemplos abaixo. Para que a manta tenha carga suficiente para ser utilizada como um filtro, a razão de % de penetração é tipicamente ao menos 300%. À medida que a razão de % de penetração aumenta, o desempenho de filtração da manta também aumenta. Em algumas modalidades, a razão de % de penetração é de pelo menos 400%, 500% ou 600%. Em modalidades preferenciais, a razão de % de penetração é de pelo menos 750% ou 800%. Em algumas modalidades, a manta tem uma razão de % de penetração de ao menos 1000%, ou ao menos 1250%.

[068] O fator inicial de qualidade (antes da exposição aos raios X) é tipicamente ao menos $0,3 \text{ (mm de H}_2\text{O)}^{-1}$, mais tipicamente ao menos $0,4$ ou mesmo $0,5 \text{ (mm de H}_2\text{O)}^{-1}$ para uma velocidade de face de $6,9 \text{ cm/s}$ quando o teste é feito de acordo com o método do teste de desempenho de filtração, descrito na seção Exemplos abaixo. Em algumas modalidades, o fator inicial de qualidade é pelo menos $0,6$ ou $0,7 \text{ (mm de H}_2\text{O)}^{-1}$. Em outras modalidades, o fator inicial de qualidade é pelo menos $0,8$, ao menos $0,90$, ao

menos 1,0, ou mesmo maior que 1,0 (mm de H₂O)⁻¹. O fator de qualidade após 60 minutos de exposição aos raios X é tipicamente menor que 50% do fator inicial de qualidade. Em algumas modalidades, o fator inicial de qualidade é pelo menos 0,5 (mm de H₂O)⁻¹ ou maior e o fator de qualidade após 60 minutos de exposição aos raios X é menor que 0,15 (mm de H₂O)⁻¹.

EXEMPLOS

[069] Esses exemplos se destinam somente a propósitos ilustrativos, e não pretendem ser limitadores do escopo das reivindicações em anexo. Todas as partes, porcentagens, razões, etc. nos exemplos e no restante do relatório descritivo são em peso, exceto onde especificado em contrário. Os solventes e outros reagentes usados foram obtidos junto à Sigma-Aldrich Chemical Company; Milwaukee, Wisconsin, EUA exceto onde especificado em contrário.

TABELA DE ABREVIACÕES

Abreviação ou Designação Comercial	Descrição
Aditivo-1	Derivado de 1-(2,2,6,6-tetrametil piperidina-4-ila)-pirrolidina-2,5-diona comercialmente disponível como "UVINUL 5050H" (CAS: 152261-33-1) junto à BASF, Ludwigshafen, Alemanha.
Aditivo-2	N,N'-bisformil-N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametila-4-piperidinil)-hexametilendiamina comercialmente disponível como "UVINUL 4050H" (CAS: 124172-53-8) junto à BASF, Ludwigshafen, Alemanha.
PP-1	Grau da resina de polipropileno, TOTAL PP3860 (índice de fluxo de material fundido 100), disponível comercialmente junto à Total Petrochemicals USA Inc., Houston, TX, EUA.
PP-2	Resina de polipropileno, TOTAL PP3868 (índice de fluxo de material fundido 35), disponível comercialmente junto à Total Petrochemicals USA Inc., Houston, TX, EUA.
PP-3	Resina de polipropileno, ESCORENE PP 3746G (índice de fluxo de material fundido 1200), disponível comercialmente junto à Exxon-Mobil Corporation, Irving, TX, EUA.
PMP-1	Poli-4-metil-1-penteno, TPX-MX002, disponível comercialmente junto à Mitsui Chemicals, Inc. Tóquio, Japão.

Abreviação ou Designação Comercial	Descrição
COC-1	Copolímero de olefina cíclica, TOPAS-6013, disponível comercialmente junto à TOPAS Advanced Polymers, Frankfurt, Alemanha.
Água DI	Água desionizada
BMF	Manta de microfibras produzida por extrusão em blocos com passagem de ar quente em alta velocidade (meltblown)

MÉTODOS DE TESTE

MEDIÇÕES DE VISCOSIDADE

[070] Foram utilizadas duas técnicas diferentes para a medição da viscosidade. Essas medições são definidas como Método de medição de viscosidade 1 e Método de medição de viscosidade 2.

a) MÉTODO DE MEDIÇÃO DE VISCOSIDADE 1- REÔMETRO CAPILAR

[071] Um reômetro capilar com um orifício de 0,318 cm (0,125 polegada) de diâmetro e 20,3 cm (8 polegadas) de comprimento foi conectado a uma extrusora BRABENDER B-K com de rosca dupla cônica (disponível junto à Brabender Instruments, Inc.). A extrusora foi operada a uma velocidade de extrusão 0,9 a 3,6 kg/h (2-8 lb/h) e temperaturas de 250-310°C.

[072] Para gerar os dados de viscosidade a partir das amostras experimentais, os aditivos foram mesclados a seco com as resinas poliméricas na concentração desejada, em peso, e as blendas foram extrudadas sob as temperaturas e velocidades especificadas na Tabela 3. Exemplos comparativos foram preparados a partir dos lotes correspondentes de polímero, mas sem a adição de aditivos. A Tabela 3 resume os resultados experimentais de cada exemplo.

[073] A viscosidade aparente e a taxa de cisalhamento das amostras podem ser calculadas a partir da queda de pressão e taxa de fluxo das amostras através do reômetro capilar presumindo-se um fluido Newtoniano. Isso é descrito, por exemplo, em Rheology: Principles,

Measurements, and Applications (Wiley, John and Sons, Inc., 1994) por Chris Macosko, p. 242, equação 6.2.12. Os dados experimentais foram inseridos na seguinte equação para o cálculo da viscosidade aparente. Assumiu-se uma densidade do material fundido para o polipropileno de 0,91 gramas/cm³.

[074] Equação para calcular a viscosidade aparente:

$$\mu_{app} \equiv \frac{\pi D^4 \Delta P}{128 Q L}$$

D: Diâmetro capilar (0,3175 cm, neste caso)

ΔP : Queda de pressão durante a medição do viscosímetro (g/(cm·s²))

Q: Fluxo volumétrico (cm³/segundo; cm³/s) ou taxa de fluxo de massa (gramas/segundo; g/s) dividida pela densidade (W/ ρ)

L: Comprimento capilar (20,32 cm de comprimento, neste caso)

A taxa de cisalhamento do fluxo pode ser calculada por:

$$\gamma \equiv \frac{4Q_v}{\pi R^3} \equiv \frac{32M}{\rho \pi D^3}$$

γ : Taxa de cisalhamento (1/segundo; s⁻¹)

Q_v: Fluxo volumétrico através do capilar (cm³/segundo; cm³/s)

R: Raio do tamanho do capilar (0,1588 cm, neste caso)

D: Diâmetro do capilar (0,3175 cm, neste caso)

M: Taxa de fluxo de massa (gramas/segundo; g/s)

ρ : Densidade dos materiais de fluxo (gramas/cm³; g/cm³)

b) MÉTODO DE MEDIÇÃO DE VISCOSIDADE 2- REÔMETRO DE PLACA PARALELA

[075] As alterações de viscosidade das amostras foram medidas com o uso de um reômetro ARES (TA Instruments, New Castle, Delaware, EUA). As amostras usadas para a medição da reologia foram compostas usando-se um micro-misturador Xplore de 15 milímetros (DSM Xplore, Geleen, Holanda). Os exemplos e exemplos comparativos foram preparados sob o mesmo histórico térmico para evitar efeitos de histórico térmico sobre a

viscosidade. As amostras contendo PP-1 e PP-2 foram misturadas a 220°C durante 6 minutos. As amostras contendo PMP-1 foram misturadas a 280°C durante 6 minutos, e as amostras contendo COC-1 foram misturadas a 260°C durante 6 minutos. Todas as amostras foram prensadas a quente sob a forma de filmes em sua temperatura de composição com a espessura variando de 0,6 a 1,0 mm. Essas amostras de reologia foram cortadas por matriz em discos de 25 mm de diâmetro. Os discos de amostra foram carregados em duas placas paralelas do reômetro (cone de 31,5 mm e placa de 25 mm em alumínio). A viscosidade por cisalhamento dinâmico foi medida com uma variação de temperatura de 180°C a 350°C e novamente a 180°C para as amostras PP-1 e PP-2; de 220°C a 350°C e novamente a 220°C para as amostras COC-1 e de 250°C a 350°C e novamente a 250°C para as amostras PMP-1 com uma frequência de 1 Hz (taxa de cisalhamento dinâmico de 6,28 rad/segundo). A viscosidade dinâmica das amostras em função do tempo foi medida também a uma temperatura constante (300, 320, 330 e 340°C) com uma frequência de 1 Hz durante 15 minutos. Os dados de viscosidade após 10 minutos foram coletados e usados como os dados de viscosidade dos exemplos e exemplos comparativos, que são apresentados na Tabela 3.

TESTE DE FILTRAGEM

[076] As amostras foram testadas quanto à % de penetração de aerossol DOP (% de Pen) e queda de pressão (ΔP), e o fator de qualidade (FQ) foi calculado. O desempenho de filtração (% de Pen e FQ) das mantas de microfibras de não-tecido foi avaliado com o uso de um equipamento para teste de filtros automatizado (AFT) modelo 8130 (disponível junto à TSI, Inc., St. Paul, MN, EUA) usando-se ftalato de dioctila (DOP) como o aerossol de teste. O aerossol de DOP é nominalmente uma massa monodispersa de 0,3 micrômetro de diâmetro mediano com uma concentração a montante de 70-120 mg/m³. O aerossol foi forçado através de uma amostra de meio filtrante a

uma taxa de fluxo calibrada de 42,5 litros/minuto (velocidade de face de 6,9 cm/s) com o neutralizador de aerossol TSI AFT modelo 8130 desligado. O período de teste total foi de 23 segundos (tempo de elevação de 15 segundos, tempo de amostra de 4 segundos, e tempo de purga de 4 segundos). Simultaneamente com a % de Pen, foi medida a queda de pressão (ΔP em mm de água) no filtro usando-se o instrumento. A concentração de aerossol de DOP foi medida através de dispersão de luz tanto a montante como a jusante no meio filtrante, usando-se fotômetros calibrados. A % de Pen de DOP é definida como: % de Pen = $100 \times (\text{concentração de DOP a jusante} / \text{concentração de DOP a montante})$. Para cada material, 6 medições separadas foram feitas em locais diferentes na manta de BMF e a média dos resultados foi obtida.

[077] A % de Pen e o ΔP foram usados para calcular um FQ através da seguinte fórmula:

$$FQ = - \ln(\% \text{ de Pen} / 100) / \Delta P,$$

onde \ln corresponde ao logaritmo natural. Um valor de FQ maior indica melhor desempenho de filtração, e valores menores de FQ correlacionam-se efetivamente com um desempenho de filtração menor.

TESTE DE DESCARGA DE RAIOS X

[078] O fator de qualidade e a % de penetração das mantas de amostra a serem testadas foram determinados antes da exposição à radiação por raios X com o uso do método de teste descrito acima. O fator inicial de qualidade é designado como "FQ₀". Cada lado da manta de amostra foi exposto aos raios X usando-se o sistema descrito a seguir, assegurando-se que toda a amostra fosse exposta uniformemente à radiação por raios X. Após a exposição aos raios X, a amostra do meio filtrante foi testada novamente para medir seu desempenho de filtro (FQ e % de Pen). O procedimento foi repetido até se alcançar um teto para o desempenho de filtro, indicando que toda a carga eletrostática da amostra havia sido neutralizada. A razão de % de penetração (razão de % de Pen) também está

reportada. A razão de % de Pen foi calculada a partir da % de Pen a 0 minutos e a 60 minutos com o uso da equação onde \ln corresponde ao logaritmo natural:

$$\text{Razão de \% de Pen} = \frac{\ln(\% \text{ de Pen}(0\text{min})/100)}{\ln(\% \text{ de Pen}(60\text{min})/100)} \times 100 \%$$

[079] A exposição aos raios X foi realizada com o uso de um sistema de exposição a raios X Baltograph 100/15 CP (Balteau Electric Corp., Stamford, CT, EUA) que consiste em um gerador de potencial constante ligado à terra com classificação de 100 KV a 10 mA, uma janela de berílio (0,75 mm de filtração inerente) e uma produção de até 960 Roentgen/min a 50 cm do ponto focal de 1,5 mm x 1,5 mm. A tensão foi ajustada para 80 KV com uma corrente correspondente de 8 mA. Um suporte para amostra foi disposto a uma distância aproximada de 57,2 centímetros (22,5 polegadas) do ponto focal para produzir uma exposição de cerca de 580 Roentgen/min.

ANÁLISE DE ESTABILIDADE TÉRMICA:

[080] A estabilidade térmica de cada elemento auxiliar de processamento foi medida com um analisador termogravimétrico (TGA), modelo 2950, disponível junto à TA Instruments, New Castle, Delaware, EUA. Aproximadamente 5 a 10 miligramas de material são colocados no TGA e aquecidos a partir da temperatura ambiente até 500°C, a uma taxa de 10°C/min sob um ambiente de ar, enquanto a perda de peso é medida. A Tabela A relaciona as temperaturas nas quais foram detectadas uma perda de peso de 2%, bem como uma perda de peso de 5%.

TABELA A

Aditivo	Temperatura a 2% de perda de peso (°C)	Temperatura a 5% de perda de peso (°C)
1	268	335
2	265	289

EXEMPLOS 1-20 E EXEMPLOS COMPARATIVOS C1-C12

[081] Para cada um dos exemplos e exemplos comparativos, os procedimentos descritos a seguir foram seguidos. Os dados destes exemplos são apresentados nas tabelas 1 e 2.

PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS:**ETAPA A - PREPARAÇÃO DAS MANTAS DE MICROFIBRA:**

[082] Para cada manta dos exemplos 1-9, o Aditivo 1 foi mesclados a seco com um dos graus de polipropileno, ou poli-4-metil-1-penteno na concentração mostrada na Tabela 1, e a blenda foi extrudada conforme descrito em Van A. Went, "Superfine Thermoplastic Fibers", Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, páginas 1342 a 1346. A temperatura de extrusão situava-se na faixa de cerca de 250°C – 340°C e a extrusora era uma extrusora de rosca dupla cônica BRABENDER (disponível comercialmente junto à Brabender Instruments, Inc.) operando a uma taxa de cerca de 2,5 a 3 kg/h (5-7 lb/h). A matriz tinha 25,4 centímetros (10 polegadas) de largura com 10 orifícios por centímetro (25 orifícios por polegada). As mantas de microfibra produzidas por extrusão em blocos com passagem de ar quente em alta velocidade (meltblown) (BMF) foram formadas com um peso base de cerca de 57 g/m², diâmetro eficaz da fibra de cerca de 8,0 micrômetros e uma espessura de cerca de 1 mm. Similarmente, para cada Exemplo comparativo C1-C6, uma manta de BMF foi preparada a partir do mesmo grau de polipropileno ou poli-4-metil-1-penteno correspondendo à manta dos exemplos, mas na condição de nenhum aditivo adicionado ou com o Aditivo 2 adicionado. A Tabela 1 resume as características das mantas específicas para cada um dos exemplos e exemplos comparativos.

ETAPA B - PREPARAÇÃO DO ELETRETO:

[083] Cada uma das mantas de BMF preparadas para os Exemplos 1-10 e C1-C6 na Etapa A acima foi carregada usando-se o método de carga mostrado abaixo.

MÉTODO DE CARGA 1:

[084] As mantas de BMF selecionadas preparadas na Etapa A acima foram carregadas por hidrocarregamento com água desionizada. A manta de BMF foi hidrocarregada com o uso de uma aspersão fina de água desionizada gerada por um bocal operando a uma pressão de 896 kiloPascals (130 psig) e um fluxo de aproximadamente 1,4 litros/minuto. As mantas de BMF selecionadas preparadas na etapa A foram transportadas por uma esteira porosa através da aspersão de água a uma velocidade de aproximadamente 10 centímetros/segundo enquanto um vácuo remove simultaneamente a água através da manta por debaixo. Cada manta de BMF foi passada duas vezes através do hidrocarregador (uma vez sequencialmente em cada lado) durante a aspersão, e, então, duas vezes sem aspersão com apenas o vácuo para remover qualquer excesso de água. As mantas foram deixadas secar completamente em ar de um dia para o outro antes do teste de filtração.

PROCEDIMENTO DO TESTE DE FILTRAÇÃO:

DESEMPENHO DE FILTRAÇÃO INICIAL:

[085] Cada uma das amostras carregadas preparadas na Etapa B acima foi cortada em uma seção de 1 metro, e cada seção foi testada em seu estado inicial quanto à % de penetração de aerossol DOP (% de Pen de DOP) e queda de pressão (ΔP), e o fator de qualidade (FQ) foi calculado conforme descrito nos Métodos de Teste descritos acima. Esses resultados estão reportados na Tabela 2 abaixo como % de Pen de DOP, queda de pressão e FQ.

TABELA 1

Exemplo	Aditivo	Grau da Resina	Concentração de aditivo (% em peso)	Eficácia Diâmetro da fibra (μm)	Solidez (%)	Peso base (g/m^2)	Espessura (mm)
C1	nenhum	PP-1	0	8,1	5,4	60	1,20
1	1	PP-1	0,1	7,9	5,9	58	1,09

Exemplo	Aditivo	Grau da Resina	Concentração de aditivo (% em peso)	Eficácia Diâmetro da fibra (µm)	Solidez (%)	Peso base (g/m²)	Espessura (mm)
2	1	PP-1	0,2	8,3	6,1	60	1,08
3	1	PP-1	0,5	8,2	6,1	60	1,08
4	1	PP-1	0,75	8,1	6,2	57	1,01
5	1	PP-1	1,0	7,9	6,1	59	1,04
C2	nenhum	PP-2	0	8,3	56	7,1	0,85
6	1	PP-2	0,5	7,7	58	7,5	0,85
7	1	PP-2	1	7,5	57	6,7	0,93
C3	nenhum	PMP-1	0	8,1	55	7,3	0,89
8	1	PMP-1	0,5	9,3	58	7,8	0,88
9	1	PMP-1	1	9,2	55	7,4	0,88
C4	2	PP-3	0,5	8,0	5,3	55	1,14
C5	2	PP-3	1	8,1	5,6	55	1,06
C6	nenhum	PP-3	0	8,0	5,5	57	1,0
10	1	PP-3	1	8,1	5,8	55	1,03

TABELA 2

Número do exemplo	Grau da Resina	Concentração do aditivo (% em peso)	Manta de BMF Exemplo Número	% de Pen. de DOP	Queda de pressão (mm de H ₂ O)	FQ (1/mm H ₂ O)
C7	PP-1	nenhum	C1	32,82	2,58	0,43
11	PP-1	0,1	1	8,17	2,36	1,07
12	PP-1	0,2	2	5,56	2,24	1,32
13	PP-1	0,5	3	19,82	1,72	0,95
14	PP-1	0,75	4	1,46	2,16	1,99
15	PP-1	1,0	5	1,69	2,34	1,79
C8	PP-2	nenhum	C2	35,66	2,26	0,46
16	PP-2	0,5	6	0,68	2,84	1,77
17	PP-2	1,0	7	0,289	3,0	1,96
C9	PMP-1	nenhum	C3	14,98	2,16	0,88
18	PMP-1	0,5	8	6,17	2,06	1,36
19	PMP-1	1,0	9	3,55	2,18	1,54
C10	PP-3	0,5	C4	29,42	2,54	0,48
C11	PP-3	1	C5	29,88	2,26	0,54
C12	PP-3	0	C6	34,66	1,96	0,55
20	PP-3	1	10	2	3,4	1,69

EXEMPLOS 21-25 E EXEMPLOS COMPARATIVOS C13-C16

[086] Para cada um dos exemplos e exemplos comparativos apresentados abaixo, as amostras foram preparadas e os testes executados

conforme descrito usando-se os métodos de testes de viscosidade descritos acima. Os dados são apresentados na tabela 3.

TABELA 3

Número do exemplo	Resina Nota	Concentração de aditivo (% em peso)	Temp. (°C)	Viscosidade (Equilíbrio)	Cisalhamento Taxa (s ⁻¹)	Viscosidade Medição Método
C13	PP-1	nenhum	250	336	265	1
			270	211		
			290	127		
			310	65		
			330	7,52	6,28	2
21	PP-1	0,5	330	7,34	6,28	2
22	PP-1	1,0	250	378	265	1
			270	237		
			290	96		
			310	33		
			330	5,75	6,28	2
C14	PP-2	nenhum	310	254	353	1
			330	35,6	6,28	2
23	PP-2	1,0	310	205	353	1
			330	18,4	6,28	2
C15	PMP-1	nenhum	250	17757	6,28	2
			270	11937		
			290	6421		
			310	1891		
			330	266		
24	PMP-1	1,0	250	10959	6,28	2
			270	6989		
			290	3861		
			310	1375		
			330	166		
C16	COC-1	nenhum	270	3936	6,28	2
			290	1827		
			310	960		
			330	600		
25	COC-1	1,0	270	2142	6,28	2
			290	1031		
			310	460		
			330	277		

EXEMPLO 26 E EXEMPLO COMPARATIVO C17

[087] Para o exemplo 26, uma amostra de manta preparada no exemplo 10 acima foi carregada usando-se hidrocarregamento (Método de carga 1) e exposta aos raios X ionizantes, de acordo com o método do teste de descarga de raios X descrito acima. Para o exemplo comparativo C17, a manta de amostra preparada no exemplo 10 foi usada sem carga, e o mesmo teste foi executado. Os dados são apresentados na tabela 4.

TABELA 4

Desempenho de filtração após exposição aos raios X													
	Exposição = 0 min			Exposição = 30 min			Exposição = 40 min			Exposição = 60 min			
Ex. n°	ΔP (mm de H ₂ O)	% de Pen (%)	FQ ₀ (1/mm de H ₂ O)	ΔP (mm de H ₂ O)	% de Pen	FQ (1/mm de H ₂ O)	ΔP (mm de H ₂ O)	% de Pen (%)	FQ (1/mm de H ₂ O)	ΔP (mm de H ₂ O)	% de Pen (%)	FQ (1/mm de H ₂ O)	Razão de % de Pen (%)
C17	2,1	79,9	0,11	2	79,5	0,11	2	79,5	0,11	2	79,3	0,12	97
26	2	3,4	1,69	2	42,7	0,43	2	57,2	0,28	2	73,7	0,15	1108

REIVINDICAÇÕES

1. MÉTODO DE PREPARAÇÃO DE UMA MANTA, caracterizado pelo fato de que compreende:

preparar uma blenda que compreende:

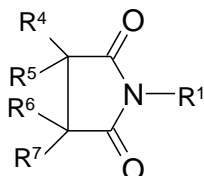
resina termoplástica; e

elemento auxiliar de processamento que compreende um oligômero de succinimida N-substituído de amina impedida;

misturar a blenda por termofusão, sendo que a viscosidade do fundido da blenda do elemento auxiliar de processamento e da resina termoplástica é menor que a viscosidade do fundido da resina termoplástica sem o elemento auxiliar de processamento; e

formar uma manta a partir da blenda termofundida.

2. MÉTODO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o elemento auxiliar de processamento compreende um material contendo uma unidade de repetição com a seguinte fórmula:



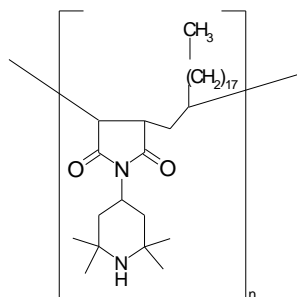
em que o grupo R¹ compreende grupo de amina impedida;

os grupos R⁴ e R⁷ compreendem, independentemente, alquilenos ou grupos de ligação de alquilenos substituídos, ligando-se a um outro anel de succinimida ou grupos terminais de alquila;

os grupos R⁵ e R⁶ compreendem, independentemente, átomos de hidrogênio, alquila, alquenila, alquinila, arila, heteroalquila, alquila substituído, ou arila substituído, sendo que o material compreende até 100 unidades de repetição.

3. MÉTODO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o elemento auxiliar de processamento compreende um

material com a seguinte fórmula:



em que n é um número de 5 a 7.

4. MÉTODO DE PREPARO DE UMA MANTA DE ELETRETO, caracterizado pelo fato de que compreende:

preparar uma blenda que compreende:

resina termoplástica; e

elemento auxiliar de processamento que

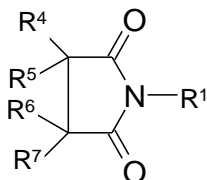
compreende um oligômero de succinimida N-substituído de amina impedida;

misturar a blenda por termofusão;

formar uma manta a partir da blenda termofundida; e

carregar eletrostaticamente da manta.

5. MÉTODO, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o elemento auxiliar de processamento compreende um material com a seguinte fórmula:



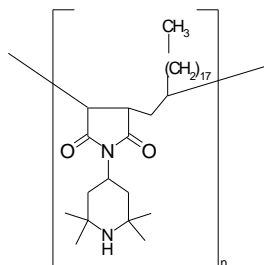
em que o grupo R¹ compreende grupo de amina impedida;

os grupos R⁴ e R⁷ compreendem, independentemente, alquilenos ou grupos de ligação de alquilenos substituídos, ligando-se a um outro anel de succinimida ou grupos de terminais de alquila;

os grupos R⁵ e R⁶ compreendem, independentemente, átomos de hidrogênio, alquila, alquênica, alquínica, arila, heteroalquila, alquila substituído,

ou arila substituído, sendo que o material compreende até 100 unidades de repetição.

6. MÉTODO, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o elemento auxiliar de processamento compreende um material com a seguinte fórmula:



em que n é um número de 5 a 7.

7. MÉTODO, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o elemento auxiliar de processamento compreende de 0,1 a 5,0% em peso da blenda.

8. MEIO FILTRANTE À BASE DE ELETRETO, caracterizado pelo fato de que compreende:

manta de microfibra não-tecida que compreende uma blenda de:

resina termoplástica; e

aditivo acentuador de carga que compreende um oligômero de succinimida N-substituído de amina impedida.

9. MEIO, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que a manta de microfibra não-tecida compreende:

polipropileno, poli(4-metil-1-penteno), copolímeros de propileno e 4-metil-1-penteno; ou misturas dos mesmos.

10. MEIO, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o aditivo acentuador de carga que compreende um oligômero de succinimida N-substituído de amina impedida compreende de 0,1 a 5,0% em peso da manta.