

(12) **FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

(22) Data de pedido: 2005.11.01	(73) Titular(es): INTEGRITY, LLC 2131 WOODRUFF ROAD, NO. 162, SUITE 2100 GREENVILLE, SC 29607 US
(30) Prioridade(s): 2004.11.05 US 983153	
(43) Data de publicação do pedido: 2007.08.01	(72) Inventor(es): BRIAN G. MORIN US
(45) Data e BPI da concessão: 2013.08.07 217/2013	(74) Mandatário: MANUEL ANTÓNIO DURÃES DA CONCEIÇÃO ROCHA AV LIBERDADE, Nº. 69 - 3º D 1250-148 LISBOA PT

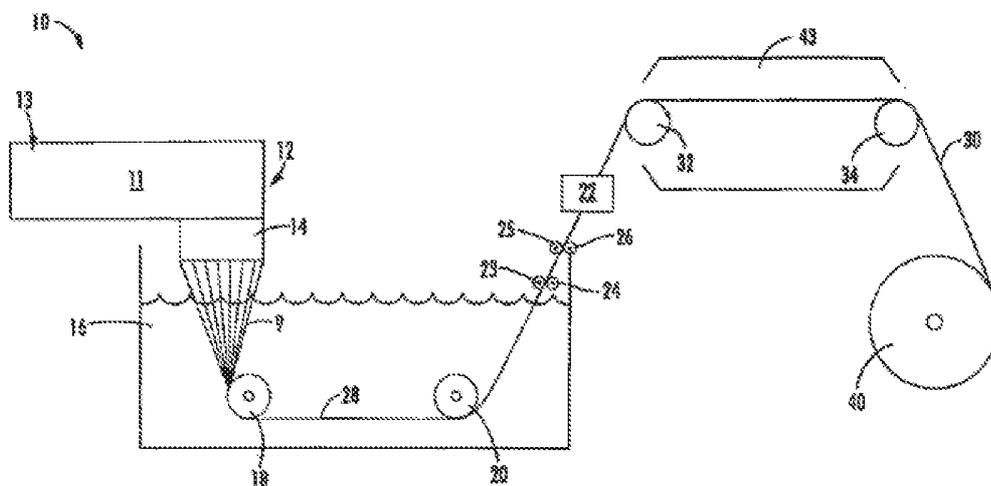
(54) Epígrafe: **PROCESSOS PARA PRODUÇÃO DE FIOS MULTIFILAMENTO DE POLIPROPILENO ATRAVÉS DE ENROLAMENTO POR FUSÃO E FIOS FORMADOS DESTES**

(57) Resumo:

UM PROCESSO (10) PARA PRODUIR FIO MULTIFILAMENTO DE POLIOLEFINA (30) INCLUINDO ALIMENTAR UMA POLIOLEFINA E UM AGENTE NUCLEANTE NUMA ENTRADA (13) DE UMA EXTRUSORA (12) COM UM DISTRIBUIDOR DE MISTURA (11), FAZENDO A EXTRUSÃO DOS FILAMENTOS (9) ATRAVÉS DE UMA FIEIRA (14) PARA UM BANHO DE ARREFECIMENTO (16), RECOLHENDO OS FILAMENTOS COM ROLOS TENSORES (18, 20) PARA FORMAR UM FEIXE DE FIBRAS (28), PASSANDO O FEIXE DE FIBRAS (28) ATRAVÉS DE ROLOS DE LAMINAGEM (23, 24, 25, 26) PARA UM APLICADOR DE ACABAMENTO (22), PASSANDO O FEIXE DE FILAMENTOS (28) ATRAVÉS DE UM FORNO (43) E FAZENDO A ESTIRAGEM COM ROLOS DE ESTIRAGEM (32, 34) PARA PRODUIR O FIO MULTIFILAMENTO (30) E ENROLANDO O FIO MULTIFILAMENTO NUM ROLO TENSOR (40).

RESUMO

**"PROCESSOS PARA PRODUÇÃO DE FIOS MULTIFILAMENTO DE
POLIPROPILENO ATRAVÉS DE ENROLAMENTO POR FUSÃO E FIOS
FORMADOS DESTES"**



Um processo (10) para produzir fio multifilamento de poliolefina (30) incluindo alimentar uma poliolefina e um agente nucleante numa entrada (13) de uma extrusora (12) com um distribuidor de mistura (11), fazendo a extrusão dos filamentos (9) através de uma fieira (14) para um banho de arrefecimento (16), recolhendo os filamentos com rolos tensores (18, 20) para formar um feixe de fibras (28), passando o feixe de fibras (28) através de rolos de laminagem (23, 24, 25, 26) para um aplicador de acabamento (22), passando o feixe de filamentos (28) através de um forno (43) e fazendo a estiragem com rolos de estiragem (32, 34) para produzir o fio multifilamento (30) e enrolando o fio multifilamento num rolo tensor (40).

DESCRIÇÃO

"PROCESSOS PARA PRODUÇÃO DE FIOS MULTIFILAMENTO DE POLIPROPILENO ATRAVÉS DE ENROLAMENTO POR FUSÃO E FIOS FORMADOS DESTES"

Antecedentes da invenção

Fios e fibras produzidos de poliolefina podem oferecer muitas características desejáveis. Por exemplo, eles podem ter boas qualidades tácteis tal como a sensação ao tato, eles podem ser resistentes à degradação e erosão, e as matérias-primas podem ser facilmente obtidas assim como são razoavelmente económicas. Como tal, fibras monofilamento assim como fios multifilamento têm sido produzidos de várias poliolefinas tal como polipropileno. Enquanto o desenvolvimento de fibras monofilamento de poliolefina que têm elevado módulo e elevada tenacidade foi alcançado, a capacidade de produzir fios multifilamentos com elevado módulo, elevada tenacidade de materiais similares não foi tão bem sucedido. Como tal, permanece espaço para melhoria e variação dentro da especialidade.

Sumário da invenção

Numa forma de realização, a presente invenção visa um método de produção de fio multifilamento de poliolefina de acordo com a reivindicação 1.

De acordo com a invenção, a poliolefina compreende um polipropileno. Opcionalmente, o fio pode ser produzido por uma mistura de duas ou mais poliolefinas. Numa forma de

realização, a poliolefina pode ter um índice de fluidez a quente entre cerca de 0,2 e cerca de 50.

De acordo com a invenção, o polipropileno contém um agente nucleante. Por exemplo, o agente nucleante pode ser um agente nucleante dibenzilideno sorbitol como é conhecido em geral na especialidade. Geralmente, o agente nucleante pode estar presente no fundido numa quantidade menor que cerca de 1% em peso da composição extrudada, embora isto não seja um requisito da invenção.

A extrusora pode ser em geral qualquer extrusora multi-orifícios padrão. Por exemplo, a extrusora pode definir múltiplos orifícios, e cada orifício pode ter uma dimensão de corte transversal máxima entre cerca de 0,0254 e cerca de 1,27 mm (cerca de 0,001 e cerca de 0,050 polegadas).

O fundido pode ser extrudado razoavelmente lentamente, por exemplo entre cerca de 1 m/min e cerca de 25 m/min no banho de arrefecimento líquido. O banho é aquecido a uma temperatura de cerca de 50°C a cerca de 130°C. Além disso, a superfície do banho de arrefecimento deve estar bastante perto dos orifícios da extrusora dentro da distância do inchamento relativamente à fieira dos filamentos. Numa forma de realização, a área imediatamente a jusante do orifício pode ser protegido por um manto gasoso aquecido ou não aquecido.

O passo de estiragem a quente pode ser realizado num forno, utilizando rolos de estiragem aquecidos, ou de acordo com qualquer outro método de aquecimento apropriado. O passo de estiragem a quente é realizado a uma temperatura entre cerca de 120°C e cerca de 150°C. Por exemplo, o forno ou os rolos de estiragem podem ser aquecidos até à temperatura desejada.

Outros processos também podem ser realizados na produção do fio multifilamento divulgado tal como um ou mais dos seguintes: aplicação de um lubrificante, uma segunda estiragem, ou termofixação do fio.

Numa outra forma de realização, a invenção visa o fio que pode ser produzido de acordo com os processos divulgados. Por exemplo, o fio pode incluir múltiplos filamentos, cada um pode ter um denier menor do que cerca de 300, numa forma de realização cada filamento pode ter um denier entre cerca de 0,5 e cerca de 100. O fio pode ter um módulo elevado, por exemplo, o fio pode ter um módulo maior que 88,3 cN/dtex (100 g/d) ou maior que 132,5 cN/dtex (150 g/d) em algumas formas de realização. O fio também pode ter uma elevada tenacidade, por exemplo maior que 4,4 cN/dtex (5 g/d) em algumas formas de realização, e maior que cerca de 6,2 cN/dtex (7 g/d) em outras formas de realização. Os fios divulgados também podem ser razoavelmente resistentes a serem esticados, por exemplo, o fio pode exibir um alongamento menor do que cerca de 10%.

O fio divulgado é também considerado possuir uma estrutura cristalina que é única para o fio multifilamento de poliolefina. Por exemplo, pelo menos um dos filamentos no fio pode possuir mais do que 80% cristalinidade, de acordo com as técnicas conhecidas de medição de dispersão de Raios-X de grandes ângulos (WAXS). Numa forma de realização, pelo menos um dos filamentos no fio pode ter uma proporção de intensidade equatorial para intensidade meridional maior que cerca de 1,0, que pode ser obtido pelas técnicas conhecidas de medição de dispersão de Raios-X de pequenos ângulos (SAXS). Numa outra forma de realização, a proporção da intensidade equatorial para intensidade meridional pode ser maior que cerca de 3,0.

Numa forma de realização, a invenção visa produtos secundários que podem ser produzidos e podem incluir os fios divulgados. Por exemplo, os fios divulgados podem ser benéficamente utilizados na produção de cordas, materiais tecidos e materiais não-tecidos.

Numa forma de realização, o fio divulgado pode ser utilizado em materiais de reforço, por exemplo materiais de reforço para utilização no reforço de composição cimentícia hidratável. Por exemplo, um fio produzido de acordo com os processos divulgados pode ser cortado em pequenos pedaços, geralmente menores que cerca de 12,7 mm (5 polegadas) para formar um material de reforço. Numa forma de realização, o fio pode ser cortado em pedaços menores que cerca de 76,2 mm (3 polegadas) de comprimento. Numa outra forma de realização, pode ser cortado em pedaços menores que cerca de 25,4 mm (1 polegadas) de comprimento. Opcionalmente, os materiais de reforço podem ser degradados e/ou deformados além de serem cortados em pedaços mais pequenos.

Breve descrição das Figuras

Uma divulgação total e que habilita da presente invenção, incluindo o melhor modo desta, para um perito na especialidade, é definido mais particularmente no restante da descrição, incluindo referência às figuras acompanhantes em que:

A figura 1 ilustra uma forma de realização de um processo de acordo com a presente invenção;

A figura 2 ilustra o inchamento relativamente à fieira de um único filamento produzido de acordo com uma forma de realização da presente invenção;

A figura 3 é o padrão de dispersão WAXS de um filamento de polipropileno retirado de um fio multifilamento produzido de acordo com uma forma de realização dos processos presentemente divulgados; e

A figura 4 é o padrão de dispersão SAXS do filamento de polipropileno da figura 3.

A utilização repetida de caracteres de referência na presente descrição e desenhos pretende representar as mesmas ou análogas características ou elementos da presente invenção.

Descrição detalhada da invenção

Irá agora ser feita referência em detalhe às várias formas de realização da invenção, um ou mais exemplos os quais são especificados mais abaixo. Cada forma de realização é providenciada como forma a explicar a invenção, não limitando a invenção. De fato, será aparente para aqueles peritos na especialidade que várias modificações e variações podem ser feitas na presente invenção sem sair do âmbito da invenção. Por exemplo, as características ilustradas ou descritas como parte de uma forma de realização, podem ser utilizadas noutra forma de realização para produzir ainda uma outra forma de realização. Assim, pretende-se que a presente invenção cubra tais modificações e variações como tais dentro do âmbito das reivindicações em anexo e seus equivalentes.

Em geral, a presente invenção visa fios multifilamento de poliolefina e métodos apropriados para produzir os fios multifilamento de poliolefina divulgados. Beneficamente, os métodos divulgados podem ser utilizados para produzir fios

multifilamento de poliolefina que podem exibir pelo menos um módulo mais elevado ou uma tenacidade mais elevada em comparação com fios multifilamento de poliolefina previamente conhecidos.

Os métodos da invenção divulgada visam em geral um processo para produção de fio por enrolamento por fusão. Mais particularmente, o processo utilizado na produção dos fios divulgados pode incluir a produção de uma composição fundida incluindo uma poliolefina, fazendo a extrusão de múltiplos (i.e., pelo menos três) filamentos individuais da composição a uma taxa de enrolamento relativamente baixa, arrefecendo os filamentos num líquido, produzindo uma estrutura de fio dos múltiplos filamentos individuais, e fazendo a estiragem mecânica da estrutura fio enquanto a estrutura é aquecida.

A poliolefina utilizada na produção dos fios divulgados compreende um polipropileno.

Além disso, e para efeitos desta divulgação, o termo polipropileno visa incluir qualquer composição polimérica compreendendo monómeros de propileno, ou isoladamente (i.e., homopolímero) ou em misturas ou copolímero com outras poliolefinas, dienos, ou outros monómeros (tal como etileno, butileno, e semelhantes). O termo também é pretendido abranger qualquer configuração e disposição diferente dos monómeros constituintes (tal como sindiotático, isotático, e semelhante). Assim, o termo como é aplicado a fibras é pretendido abranger efetivamente compridos cordões, fitas, cordas, e semelhantes, do polímero estirado.

Para efeitos desta divulgação, os termos fibras e fios são pretendidos abranger estruturas que exibem um comprimento

que excede de longe a sua maior dimensão do corte transversal (tal como, por exemplo, o diâmetro de fibras redondas). Assim, o termo fibra conforme utilizado aqui difere de estruturas tais como placas, recipientes, folhas, e semelhantes que são moldadas por sopro ou moldadas por injeção. Além do mais, o termo fios multifilamento é pretendido abranger uma estrutura que inclui pelo menos três filamentos que foram individualmente produzidos tal como, por exemplo, por meio de extrusão através de uma fieira, antes de ser colocado na proximidade de um outro para produzir uma estrutura de fio único.

Uma forma de realização do processo presentemente divulgado em geral 10 é ilustrada esquematicamente na Figura 1. De acordo com a forma de realização ilustrada, uma composição polimérica pode ser disponibilizada a um aparelho de extrusão 12.

Em geral, qualquer polipropileno apropriado para produzir fio estirado pode ser utilizado no processo divulgado. Por exemplo, polipropileno apropriado para a presente invenção pode em geral ser de qualquer fluxo de fundição padrão. Por exemplo, numa forma de realização, resina de polipropileno padrão para extrusão com um intervalo do índice de fluidez a quente (MFI) entre cerca de 0,2 e cerca de 50 pode ser utilizada na produção dos fios multifilamentos divulgados. Numa forma de realização, pode ser utilizado polipropileno com um MFI entre cerca de 0,5 e cerca de 25. Numa forma de realização, o polipropileno utilizado na produção de fio multifilamento pode ter um MFI entre cerca de 1 e cerca de 15.

A composição polimérica disponibilizada ao aparelho de extrusão 12 inclui polipropileno e um agente nucleante. De acordo com a invenção, o agente nucleante pode em geral ser

qualquer material que possa disponibilizar locais de nucleação para os cristais de polipropileno que podem ser produzidos durante a transição do polipropileno do estado fundido para a estrutura sólida. Numa forma de realização, o agente nucleante pode exibir uma elevada solubilidade no polipropileno, embora isto não seja um requisito da invenção. Uma lista não limitativa de agentes nucleantes exemplares pode incluir, por exemplo, agentes nucleantes dibenzilideno sorbitol, como são em geral do conhecimento da especialidade, tal como dibenzilideno sorbitol (DBS), monometildibenzilideno sorbitols tal como 1,3:2,4-bis(p-metilbenzilideno) sorbitol (p-MDBS), dimetil dibenzilideno sorbitols tal como 1,3:2,4-bis(3,4-dimetilbenzilideno) sorbitol (3,4-DMDBS), e semelhantes. Outros agentes nucleantes apropriados incluem benzoato de sódio, sais de éster fosfato, tal como NA-11 e NA-21, desenvolvido por Asahi Denka do Japão, ou os agentes hipernucleantes desenvolvidos por Milliken Chemical da Carolina do Sul tal como, por exemplo, Hyperform® HPN-68L.

De acordo com o processo divulgado, a composição polimérica, que inclui polipropileno combinado com um agente nucleante, pode ser disponibilizado a um aparelho de extrusão 12. Nesta forma de realização particular, o componente polipropileno e o agente nucleante podem ser disponibilizados ao aparelho de extrusão 12 ou separadamente ou conjuntamente, como numa entrada 13. Por exemplo, o polipropileno e um agente nucleante podem ser disponibilizados à extrusora 12 ou separadamente ou conjuntamente sob a forma de líquido, pó, ou grânulos. Por exemplo, numa forma de realização, ambos o polipropileno e o agente nucleante podem ser disponibilizados à extrusora 12 sob a forma de grânulos na entrada 13. Numa outra forma de realização, o agente nucleante pode ser disponibilizado ao aparelho de extrusão 12 sob a forma líquida. Por

exemplo, agentes nucleantes na forma líquida tal como aqueles divulgados na Patente U.S. 6,102,999 em Cobb. III, *et al.*, podem ser utilizados no processo.

O agente nucleante pode em geral estar presente na mistura a ser extrudada numa quantidade menor que cerca de 1 % em peso da composição. Por exemplo, o agente nucleante pode estar presente na mistura numa quantidade menor que cerca de 0,5% em peso. Numa forma de realização, o agente nucleante pode estar presente na mistura numa quantidade entre cerca de 0,01% em peso e cerca de 0,3% em peso. Numa outra forma de realização, o agente nucleante pode estar presente na mistura numa quantidade entre cerca de 0,05% em peso e cerca de 0,25% em peso.

A mistura incluindo o polipropileno e, opcionalmente, o agente nucleante pode também incluir vários outros aditivos como são em geral do conhecimento da especialidade. Por exemplo, numa forma de realização, o fio multifilamento divulgado pode ser fio colorido, e a mistura pode incluir agentes corantes apropriados, tal como tintas ou outros pigmentos. De acordo com esta forma de realização, pode ser preferível utilizar um agente nucleante que não irá afetar a cor final do fio multicomponente, mas isto não é um requisito da invenção, e noutras formas de realização, podem ser utilizados agentes nucleantes que aumentam ou afetam de outra forma a cor do fio produzido. Outros aditivos que podem ser combinados com a mistura podem incluir, por exemplo, um ou mais agentes antiestáticos, agentes antioxidantes, agentes antimicrobianos, agentes adesivos, agentes estabilizantes, agentes plastificantes, compostos de avivamento, agentes clarificantes, agentes estabilizadores de luz ultravioleta, agentes tensioativos, agentes de intensificação ou de prevenção de odor, agentes dispersantes de luz, sequestrantes de halogéneo, e

semelhantes. Além disso, os aditivos podem ser incluídos no fundido, ou em algumas formas de realização, pode ser utilizado como um tratamento de superfície para ou o feixe de fibras não estirado ou opcionalmente para o fio estirado, como em geral do conhecimento da especialidade.

Numa forma de realização, o aparelho de extrusão 12 pode ser um aparelho de enrolamento por fusão como é em geral do conhecimento da especialidade. Por exemplo, o aparelho de extrusão 12 pode incluir um distribuidor de mistura 11 no qual uma composição incluindo uma ou mais poliolefinas e qualquer outro aditivo desejado pode ser misturado e aquecido para formar uma composição fundida. A formação da mistura fundida pode em geral ser realizada a uma tal temperatura que assegura a fusão de essencialmente todo o polipropileno. Por exemplo, numa forma de realização, a mistura pode ser misturada e fundida num distribuidor 11 aquecido a uma temperatura entre cerca de 175°C e cerca de 325°C.

Opcionalmente, para ajudar assegurar o estado fluído da mistura fundida, numa forma de realização, a mistura fundida pode ser filtrada antes da extrusão. Por exemplo, a mistura fundida pode ser filtrada para remover quaisquer partículas finas da mistura com um filtro entre cerca de 180 e cerca de 360 calibre.

A seguir à formação da mistura fundida, a mistura pode ser conduzida sob pressão para a fieira 14 do aparelho de extrusão 12, onde pode ser extrudada através de múltiplos orifícios da fieira para produzir múltiplos filamentos 9. Por exemplo, a fieira pode definir pelo menos três orifícios da fieira. Numa forma de realização, a fieira pode definir entre 4 e cerca de 100.000 orifícios individuais da fieira. Para efeitos desta divulgação, os

termos fieira de extrusão e fieira são utilizados conforme utilizado aqui de forma intercambiável e é pretendido significar a mesma coisa; o mesmo é verdade para os termos orifício da fieira, abertura da fieira, orifício da extrusora e abertura da extrusora. A fieira 14 pode em geral ser aquecida a uma temperatura que pode permitir a extrusão do polímero fundido prevenindo no entanto a quebra dos filamentos 9 durante a produção. Por exemplo, numa forma de realização, a fieira 14 pode ser aquecida a uma temperatura entre cerca de 175°C e cerca de 325°C. Numa forma de realização, a fieira 14 pode ser aquecida até à mesma temperatura que o distribuidor de mistura 11. Isto não é um requisito do processo, no entanto, e noutras formas de realização, a fieira 14 pode estar a uma temperatura diferente da do distribuidor de mistura 11.

Os orifícios da fieira através dos quais o polímero pode ser extrudado podem ser em geral menores do que cerca de 2,5 mm (0,1 polegadas) na distância máxima do corte transversal (p.ex., o diâmetro no caso particular de um orifício circular). Por exemplo, numa forma de realização, os orifícios da fieira podem ser entre cerca de 0,051 mm (0,002 polegadas) e cerca de 1,27 mm (0,050 polegadas) na distância máxima do corte transversal.

De acordo com a presente invenção, o polímero pode ser extrudado através da fieira a um débito relativamente elevado. Por exemplo, o polímero pode ser extrudado através da fieira a um débito de não menos do que cerca de 50% daquela requerida para provocar uma fratura do fundido. Em outras palavras, o débito pode ser pelo menos 50% do débito no qual o exsudado fundido pode ficar excessivamente distorcido. O débito específico de fratura do fundido pode em geral variar dependendo de um ou mais dos materiais exsudados, o número total de aberturas na fieira, o tamanho

de abertura da fieira, assim como a temperatura do exsudado. Por exemplo, quando considerando a extrusão de polipropileno fundido através de uma fieira com 8 aberturas redondas de 0,305 mm (0,012 polegadas) de diâmetro cada uma, a fratura do fundido pode ocorrer a uma velocidade da bomba de entre cerca de 22 e cerca de 24 rotações/minuto de uma bomba de fusão 0,160 cm³/rotações, ou a um débito de cerca de 5,5-6,0 g/min, quando fazendo a extrusão de 4 fluxos de fundição de homopolímeros de polipropileno a uma temperatura da fieira de cerca de 230°C. Os valores de débito de fratura de fundição específicos para qualquer sistema e materiais particulares assim como métodos para os obter são em geral do conhecimento dos peritos na especialidade, e assim uma discussão detalhada deste fenómeno não é incluída aqui.

Além de um débito relativamente elevado, os filamentos também podem ser produzidos a uma tensão "*spinline*" relativamente baixa. A combinação de elevado débito com baixa tensão "*spinline*" pode permitir os filamentos serem produzidos com uma relativamente baixa proporção do tamanho do orifício para o tamanho final do filamento estirado em comparação com outros processos de produção de multifilamentos previamente conhecidos. Por exemplo, a proporção da largura máxima do corte transversal de um orifício para a distância máxima do corte transversal de um único filamento completo estirado extrudado através do orifício pode, numa forma de realização, ser entre cerca de 2 e cerca de 10. Numa forma de realização, esta proporção pode ser entre cerca de 3 e cerca de 8. Desta forma, o material que forma cada filamento pode estar num estado razoavelmente descontraído, desorganizado quando inicia a arrefecer e a cristalizar.

Referindo outra vez à Figura 1, a seguir à extrusão do polímero, os filamentos não estirados 9 são arrefecidos num banho líquido 16 e recolhidos por um rolo tensor 18 para produzir uma estrutura de fibra multifilamento ou feixe de fibras 28. Embora não querendo ficar vinculado a qualquer teoria particular, crê-se que ao fazer a extrusão dos filamentos a uma tensão "spline" relativamente baixa e elevado débito combinado com arrefecimento dos filamentos poliméricos num banho líquido, o processo presentemente divulgado encoraja a produção de cristais de cadeia dobrada num estado altamente desorganizado no polímero, o que por seu lado permite uma elevada proporção de estiragem ser utilizada no processo e desta forma permite a produção de fio multifilamento com elevada tenacidade e módulo.

Como é em geral do conhecimento da especialidade, polímeros que são cristalizados de um fundido sob temperaturas e condições de stress dinâmicas, cristalizam com uma taxa de cristalização dependente tanto do número de locais de nucleação como da taxa de crescimento do polímero. Além do mais, ambos estes fatores estão por sua vez relacionados com as condições às quais o polímero é sujeito quando é arrefecido. Além disso, polímeros que cristalizam quando num estado altamente orientado, tendem a ter tenacidade e módulo limitado, como comprovado pelas proporções de estiragem limitadas possíveis para tais polímeros altamente orientados. Assim, de forma a obter um fio multifilamento com elevada tenacidade e módulo, i.e., produzido com uma proporção de estiragem elevada, é proposta a cristalização do polímero enquanto num estado altamente desorganizado. Desta forma, a presente invenção divulga um processo de produção de fio multifilamento, no qual a cristalização do polímero num estado de elevada desorganização é promovido ao encorajar o filamento a maximizar o seu relaxamento para o estado de desorientação desejado durante a cristalização,

ao produzir o polímero a um débito relativamente elevado e tensão "spinline" baixa. Opcionalmente, uma taxa mais elevada de cristalização pode também ser encorajada em certas formas de realização através da adição de um agente nucleante ao fundido. Além disso, arrefecer os filamentos poliméricos produzidos num banho líquido pode promover a formação de cristais de cadeia dobrada, que também é associado a proporções de elevada tiragem de materiais de elevada tenacidade, de elevado módulo.

Como descrito, os filamentos individuais 9 podem ser extrudados de acordo com o processo divulgado a tensão "spinline" relativamente baixa. Como tal, o rolo tensor 18 pode trabalhar a uma velocidade relativamente baixa. Por exemplo, o rolo tensor 18 pode em geral ser ajustado a uma velocidade menor que cerca de 25 metros por minuto (m/min). Numa forma de realização, o rolo tensor 18 pode ser ajustado a uma velocidade entre cerca de 1 m/min e cerca de 20 m/min.

O banho líquido 16 no qual os filamentos 9 podem ser arrefecidos, pode ser um líquido no qual o polímero é insolúvel. Por exemplo, o líquido pode ser água, etilenoglicol, ou qualquer outro líquido apropriado como é em geral do conhecimento da especialidade. Numa forma de realização, de forma a encorajar ainda mais a produção de cristais de cadeia dobrada nos filamentos 9, o banho 16 pode ser aquecido. O banho é aquecido a uma temperatura próxima da temperatura de cristalização máxima (T_c) do polímero entre cerca de 50°C e cerca de 130°C.

Geralmente, de forma a encorajar a produção de filamentos com dimensões do corte transversal substancialmente constantes ao longo do comprimento do filamento, pode ser evitado agitação excessiva do banho 16 durante o processo.

Numa forma de realização, o arrefecimento do polímero pode começar assim que possível depois de sair da fieira, de forma a encorajar a cristalização do polímero enquanto num estado altamente desorientado, relaxado, imediatamente a seguir à extrusão. Por exemplo, numa forma de realização, a superfície do banho 16 pode estar localizada a uma distância mínima da fieira 14. A superfície do banho 16 deve estar a uma distância da fieira 14 tal, que um filamento extrudado 9 possa entrar no banho 16 dentro da distância do inchamento relativamente à fieira 31 do filamento 9. Opcionalmente, os filamentos individuais 9 podem passar através de um manto aquecido ou não aquecido antes de entrar no banho 16. Numa forma de realização, a distância entre a fieira e o banho pode ser menor do que 50,8 mm (2 polegadas). Numa outra forma de realização, esta distância pode ser menor que 25,4mm (1 polegada).

O rolo tensor 18 e o rolo 20 podem estar dentro do banho 16 e conduzir filamentos individuais 9 e feixes de fibras 28 através do banho 16. O tempo de permanência do material no banho 16 pode variar, dependendo de materiais particulares incluídos no material polimérico, velocidade de produção particular, etc. Em geral, os filamentos 9 e os feixes de fibras 28 subsequentemente produzidos podem ser conduzidos através do banho 16 com um tempo de permanência suficiente longo de forma a assegurar o arrefecimento completo, i.e., cristalização, do material polimérico. Por exemplo, numa forma de realização, o tempo de permanência do material no banho 16 pode ser entre cerca de 6 segundos e cerca de 1 minuto.

Na, ou perto da, localização onde o feixe de fibras 28 sai do banho 16, pode ser removido líquido em excesso do feixe de fibras 28. Este passo pode geralmente ser efetuado de

acordo com qualquer processo conhecido na especialidade. Por exemplo, na forma de realização ilustrada na Figura 1, o feixe de fibras 28 pode passar através de uma série de rolos de laminagem 23, 24, 25, 26 para remover líquido em excesso do feixe de fibra. Outros métodos podem ser alternativamente utilizados, no entanto. Por exemplo, em outras formas de realização, o líquido em excesso pode ser removido do feixe de fibras 28 através da utilização de um vácuo, um processo prensado utilizando uma espátula, uma ou mais lâminas de ar, e semelhantes.

Numa forma de realização, pode ser aplicado um lubrificante ao feixe de fibras 28. Por exemplo, pode ser aplicado um acabamento da fiação numa cuba de aplicação de acabamento da fiação 22, como é em geral do conhecimento da especialidade. Em geral, pode ser aplicado um lubrificante ao feixe de fibras 28 com um baixo conteúdo de água. Por exemplo, pode ser aplicado um lubrificante ao feixe de fibras 28 quando o feixe de fibras tem um conteúdo de água menor que cerca de 75% em peso. Qualquer lubrificante apropriado pode ser aplicado ao feixe de fibras 28. Por exemplo, um acabamento à base de óleo apropriado pode ser aplicado ao feixe de fibras 28, tal como Lurol PP-912, disponível através de Goulston Technologies, Inc. A adição de um acabamento ou uma película de lubrificante no fio pode, em algumas formas de realização da invenção, melhorar o manuseamento do feixe de fibras durante o processamento subsequente e pode também reduzir a acumulação de fricção e eletricidade estática no fio. Além disso, uma película de acabamento no fio pode melhorar o deslizamento entre filamentos individuais do fio durante o processo de estiragem subsequente e pode aumentar a proporção de estiragem alcançável, e assim aumentar o módulo e a tenacidade do fio multifilamento estirado produzido de acordo com o processo divulgado.

Após arrefecer o feixe de fibra 28 e quaisquer passos do processo opcionais, tal como uma adição de um lubrificante por exemplo, o feixe de fibras pode ser estirado enquanto se aplica calor. Por exemplo, na forma de realização ilustrada na Figura 1, o feixe de fibras 28 pode ser estirado num forno 43 aquecido a uma temperatura entre cerca de 120°C e cerca de 150°C. Adicionalmente, nesta forma de realização, os rolos de estiragem 32, 34 podem estar ou no interior ou no exterior do forno 43, como é em geral do conhecimento da especialidade. Noutra forma de realização, em vez de utilizar um forno como a fonte de calor, os rolos de estiragem 32, 34 podem ser aquecidos de forma a estirar o fio enquanto ele é aquecido. Por exemplo, os rolos de estiragem podem ser aquecidos a uma temperatura entre cerca de 120°C e cerca de 150°C. Noutra forma de realização, o fio pode ser estirado sobre uma placa quente aquecida a uma temperatura similar.

De acordo com o processo divulgado, o feixe de fibras multifilamento pode ser estirado numa primeira (ou única) estiragem a uma proporção de estiragem elevada, maior que aquelas alcançáveis em processos de produção de fio multifilamento de poliolefina através de enrolamento por fusão previamente conhecidos. Por exemplo, o feixe de fibras 28 pode ser estirado a uma proporção de estiragem (definido como a proporção da velocidade do segundo ou do rolo final de estiragem 34 relativamente ao primeiro rolo de estiragem 32) maior que cerca de 6. Por exemplo, numa forma de realização, a proporção de estiragem da primeira (ou única) estiragem pode ser entre cerca de 6 e cerca de 25. Noutra forma de realização, a proporção de estiragem pode ser maior do que 10, por exemplo, maior do que cerca de 15. Adicionalmente, o fio pode ser enrolado nos rolos 32, 34 como é em geral do conhecimento da especialidade.

Por exemplo, numa forma de realização, entre cerca de 5 e cerca de 15 enrolamentos do fio podem ser enrolados nos rolos de estiragem.

Enquanto a forma de realização ilustrada utiliza uma série de rolos de estiragem para fins de estirar o fio, deve ser entendido que qualquer processo apropriado que possa colocar uma força sobre o fio, de forma a alongar o fio a seguir ao passo de arrefecimento, pode ser opcionalmente utilizado. Por exemplo, qualquer aparelho mecânico incluindo rolos de laminagem, cilindros de tração, tanques de vapor, ar, vapor, ou outros jatos gasosos, pode ser opcionalmente utilizado para estirar o fio.

De acordo com a forma de realização ilustrada na Figura 1, a seguir ao passo de estirar o fio, o fio multifilamento 30 pode ser arrefecido e enrolado num rolo tensor 40. Noutras formas de realização, no entanto, pode ser realizado o processamento adicional do fio 30. Por exemplo, numa forma de realização, o fio multifilamento pode ser submetido a uma segunda estiragem. Em geral, um segundo passo de estiragem pode ser realizado a uma temperatura mais elevada do que a primeira estiragem. Por exemplo, o elemento de aquecimento do segundo passo de estiragem pode ser aquecido a uma temperatura entre cerca de 10°C e cerca de 50°C mais elevada que o elemento de aquecimento do primeiro passo de estiragem. Além disso, uma segunda estiragem pode em geral ser a uma proporção de estiragem mais baixa que a da primeira estiragem. Por exemplo, uma segunda estiragem pode ser realizada a uma proporção de estiragem menor que 5. Numa forma de realização, uma segunda estiragem pode ser realizada a uma proporção de estiragem menor que 3. No caso de múltiplas estiragens, a proporção de estiragem total irá ser o produto de cada uma das estiragens individuais, assim um fio estirado primeiro a uma proporção de estiragem de 3,

e depois subsequentemente estirado a uma proporção de estiragem de 2, irá ser sujeito a uma proporção de estiragem total de 6.

Opcionalmente, o fio multifilamento estirado pode ser termofixado. Por exemplo, o fio multifilamento pode ser relaxado ou sujeito a uma proporção de estiragem muito baixa (p.ex. uma proporção de estiragem entre cerca de 0,7 e cerca de 1,3) e sujeita a uma temperatura entre cerca de 130°C e cerca de 150°C durante um curto período de tempo, geralmente menor que 3 minutos. Em algumas formas de realização, um passo de termofixação pode ser menor do que um minuto, por exemplo, cerca de 0,5 segundos. Esta temperatura pode em geral ser maior do que a(s) temperatura(s) de estiragem. Este passo de termofixação opcional pode servir para "bloquear" a estrutura cristalina do fio a seguir à estiragem. Além disso, pode reduzir a retração térmica, que pode ser desejável em algumas formas de realização.

Noutra forma de realização, o fio final pode ter um tratamento de superfície para melhorar certas características do fio, tais como molhabilidade ou adesão, por exemplo. Por exemplo, o fio pode ser fibrilado, sujeito a tratamento de plasma ou corona, ou pode incluir uma colagem superficial do fio adicionada, todos os quais são em geral do conhecimento da especialidade, para melhorar as características físicas dos fios. Beneficamente, os fios multifilamento da invenção podem ter uma área de superfície elevada disponível para tratamentos da superfície, e assim podem exibir características consideravelmente melhoradas, tal como adesão, em comparação com, por exemplo, fibras monofilamento produzidas de materiais similares.

Em geral, o fio multifilamento final 30 pode ser enrolado num carretel ou bobina recetora 40, como mostrado, e transportado para um segundo local para produção de um produto secundário. Numa forma de realização alternativa, no entanto, o fio multifilamento pode ser alimentado a uma segunda linha de processamento, em que o fio pode ser processado subsequentemente para formar um produto secundário, tal como um tecido, por exemplo.

O fio multifilamento de poliolefina da presente invenção pode em geral ter um tamanho de estiragem entre cerca de 0,5 denier por filamento e cerca de 100 denier por filamento. Beneficamente, o fio multifilamento divulgado pode ter uma elevada tenacidade e módulo, como medido em ASTM D2256-02, que é aqui incorporado para fins de referência, e em comparação a outros, fios multifilamento de poliolefina previamente conhecidos. Por exemplo, o fio multifilamento divulgado pode ter uma tenacidade maior que cerca de 4,4 cN/dtex (5 gramas/denier) Numa forma de realização, o fio multifilamento pode ter uma tenacidade maior que cerca de 6,2 cN/dtex (7 gramas/denier). Além disso, o fio multifilamento da presente invenção pode ter um módulo elevado, por exemplo, maior que cerca de 88,3 cN/dtex (100 gramas/denier). Numa forma de realização, o fio divulgado pode ter um módulo maior que cerca de 110,4 cN/dtex (125 gramas/denier), por exemplo, maior que cerca de 132,5 cN/dtex (150 gramas/denier), ou maior que cerca de 176,6 cN/dte (200 gramas/denier).

Além disso, o fio divulgado pode exibir características de alongamento relativamente baixas. Por exemplo, o fio multifilamento da presente invenção pode exibir uma percentagem de alongamento menor que cerca de 15%, como medido em ASTM D2256-02. Noutra forma de realização, o fio

pode exibir menos de cerca de 10% alongamento, por exemplo, menos de cerca de 8% alongamento.

Os fios multifilamento inovadores são também considerados possuir uma estrutura cristalina única em comparação com outros, fios multifilamento de poliolefina previamente conhecidos. Existem vários meios amplamente aceites para medir a orientação molecular em sistemas poliméricos orientados, entre estes dispersão de luz ou de raios X, medições de absorvância, análise das propriedades mecânicas, e semelhante. Os métodos quantitativos incluem dispersão de Raios-X de grandes ângulos (WAXS), e dispersão de Raios-X de pequenos ângulos (SAXS).

Através da utilização de técnicas WAXS e SAXS, pode ser mostrado que os fios multifilamento divulgados são altamente cristalinos, altamente orientados, com pouca ou nenhuma estrutura lamelar. Em particular, os filamentos dos fios podem possuir mais de cerca de 80% cristalinidade de acordo com as técnicas de medição WAXS abaixo descritas. Por exemplo, a Figura 3 ilustra o padrão de dispersão WAXS de um único filamento retirado de um fio multifilamento produzido de acordo com o processo presentemente divulgado. Em particular, o fio (listado como amostra Q na seção dos Exemplos, abaixo) foi extrudado através de uma fieira com oito orifícios de 0,305 mm (0,012 polegadas) de diâmetro cada um, arrefecido num banho de água a 73°C, e estirado a uma proporção de estiragem de 16,2. O fio estirado tem um denier final de 406 gramas/9000 m. Como pode ser visto com referência à Figura, onde 0ϕ é paralelo ao fio, a região amorfa dos fios divulgados pode ser 2θ de 10 a 30 e ϕ de 60 a 90 (a região escura próximo da parte inferior da Figura 3), e a região cristalina pode ser 2θ de 10 a 30 e ϕ de -15 a 15 (incluindo pontos luminosos nos lados da Figura 3). Assim ao integrar a intensidade de dispersão de raios X nas

regiões cristalinas e amorfas, a cristalinidade do filamento pode ser obtida como

$$\frac{(I_x - I_A)}{(I_x)}$$

em que: I_x é a intensidade da região cristalina e I_A é a intensidade na região amorfa.

Além disso, os fios de poliolefina da invenção podem ser altamente orientados, como mostrado pela estreita largura dos picos WAXS na Figura 3.

A Figura 4 é o padrão SAXS do filamento mostrado na Figura 3. Surpreendentemente, nenhuma das estruturas esperadas relativamente à forma cristalina, orientação, e regiões amorfas aparecem na Figura, e o fio parece não ter nenhuma região amorfa verdadeira, mas parece ser composto inteiramente de regiões cristalinas e regiões amorfas altamente orientadas.

Os padrões SAXS de fios multifilamento produzidos de acordo com métodos previamente conhecidos em geral incluem regiões cristalinas e amorfas alternadas como ilustrado por pontos luminosos de intensidade de dispersão no eixo dos fios. (Ver, por exemplo, "Polypropylene Fibers - Science and Technology", M. Ahmed, Elsevier Scientific Publishing Company, 1982, pág. 192-203.) As posições destes pontos podem ser utilizadas para obter o espaçamento de período longo entre regiões cristalinas repetidas. A ausência destes pontos na Figura 4 indica que quaisquer regiões amorfas no fio inovador da Figura 4 têm quase idêntica densidade de elétrons nas regiões cristalinas, e são assim compostos por cadeias amorfas densas, altamente orientadas,

ou estão totalmente ausentes. Quando combinado com o padrão WAXS da Figura 3, que indica que a intensidade amorfa é pelo menos 15%, pode ser assumido que as regiões amorfas do filamento ilustrado consistem muito provavelmente de cadeias altamente orientadas.

Além disso, a dispersão equatorial nos padrões SAXS em geral surge do centro normal ao eixo das fibras e projeta-se numa linha longa, fina, para longe do centro em cada direção. Nos fios inovadores, e em outra referência à Figura 4, estas linhas de dispersão equatorial foram grandemente amplificadas, ao ponto em que elas são mais apropriadamente descritos como "asas." Esta dispersão equatorial surge da fibrilação dos segmentos cristalinos em conjuntos mais claramente definidos semelhante a agulhas. Uma longa linha equatorial surge de uma elevada concentração de estruturas cilíndricas, do tipo "shish" no fio com as lamelas organizadas entre ou à volta das "shishes", como "kabobs." Estas linhas em geral aparecem em situações de tiragem mais elevada tal como aquelas da presente invenção.

Como também pode ser visto na Figura 4, os filamentos que formam os fios da presente invenção sob condições de elevada estiragem podem descrever uma reflexão meridional praticamente ausente e uma dispersão equatorial que é forte, de tal forma que a proporção de dispersão da intensidade da dispersão equatorial para a meridional é elevada, mas permanecem contrastes de densidade fortes como indicado pela intensidade global.

Em geral, os filamentos que formam os fios multifilamento da presente invenção podem ter características SAXS incluindo uma proporção de intensidade equatorial para intensidade meridional maior que cerca de 1,0. Numa forma de

realização, esta proporção pode ser maior do que 3. Os filamentos que formam os fios divulgados podem em geral exibir uma intensidade equatorial integrada de 2θ de entre cerca de 0,4 a cerca de 1,0 e ϕ de cerca de 60 a cerca de 120 e de cerca de 240 a cerca de 300 (zero ϕ sendo paralelo ao fio, ou vertical em referência à Figura 4). Além disso, os fios podem exibir uma intensidade meridional integrada de 2θ de entre cerca de 0,4 e cerca de 1,0 e ϕ de cerca de -60 a cerca de 60 e de cerca de 120 a cerca de 240.

Os fios multifilamento de poliolefina divulgados podem ser beneficemente utilizados em muitas aplicações. Por exemplo, a elevada resistência e elevada tenacidade dos fios divulgados pode providenciá-los com excelentes qualidades para utilização em qualquer aplicação apropriada para fios multifilamento de poliolefina previamente conhecidos. Por exemplo, em certas formas de realização, os fios divulgados podem ser beneficemente utilizados como material de reforço numa matriz. Por exemplo, numa forma de realização, a seguir à produção do fio multifilamento estirado de acordo com os processos divulgados, o fio pode ser ainda mais processado de forma a ser apropriado para utilização como um material de reforço numa matriz. Por exemplo, os fios multifilamento da presente invenção podem ser cortados, fibrilados, achatado ou deformado de outra forma como é em geral do conhecimento da especialidade. Como os fios multifilamento são processados de forma a formar os materiais de reforço divulgados, os fios multifilamento podem não apenas ser encurtados, deformados, desgastados, e semelhante, mas além disso, os fios multifilamento podem ficar retalhados. Isto é, durante o processamento, os filamentos individuais dos fios podem-se separar uns dos outros na formação dos materiais de reforço divulgados.

Desta forma, numa forma de realização, a presente invenção é direcionada para materiais de reforço formados dos fios divulgados. Em particular, os materiais de reforço da presente invenção podem incluir fios cortados, retalhados, e/ou degradados conforme descrito aqui. Em geral, os materiais de reforço podem incluir comprimentos relativamente curtos de fios multifilamento e/ou filamentos individuais que foram retalhados dos fios multifilamento produzidos. Por exemplo, os materiais de reforço da presente invenção podem em geral ser menores que cerca de 127 mm (5 polegadas) de comprimento. Numa forma de realização, os materiais de reforço podem ser menores do que cerca de 76,2 mm (3 polegadas) de comprimento, por exemplo, menores do que cerca de 25,4 mm (1 polegada) de comprimento.

Durante a utilização, os materiais de reforço da invenção divulgada podem ser combinados com um material de matriz tal como adesivos, asfalto, plástico, borracha, ou composições cimentícias hidratáveis incluindo betão pronto ou pré-fabricado, concreto de alvenaria, concreto projetado, betão betuminoso, composições de gesso, composições à prova de fogo à base de cimento, e semelhantes.

Numa forma de realização da presente invenção, os fios divulgados podem ser ainda mais processados se necessário e utilizados na produção de produtos secundários incluindo aqueles que no passado eram produzidos com fios multifilamento de poliolefina previamente conhecidos. Por exemplo, os fios divulgados podem ser utilizados na produção de cordas, e tecidos ou falsos tecidos tal como podem ser encontrados em cintos ou tubos de máquinas, tecidos para telhados, geotêxteis, e semelhantes. Em particular, os fios multifilamento divulgados podem ser

apropriados para utilização na produção de um produto secundário de acordo com qualquer técnica conhecida que tenha sido utilizado no passado com fios multifilamento de poliolefina previamente conhecidos. Devido às propriedades físicas melhoradas dos fios divulgados, no entanto, e particularmente, o módulo e tenacidade mais elevado dos fios divulgados, produtos secundários produzidos utilizando os fios inovadores podem providenciar características melhoradas, tal como resistência e tenacidade, em comparação com produtos similares produzidos a partir dos fios multifilamento de poliolefina previamente conhecidos.

A invenção pode ser melhor compreendida com referência ao Exemplo seguinte.

Exemplo

Foram produzidas amostras de fios num sistema similar àquele ilustrado na Figura 1. Em particular, o sistema incluiu uma extrusora monorosca de 19 mm (3/4 polegadas), 24:1 com três zonas de temperatura, uma cabeça com uma bomba de fusão e fieira, um tanque de arrefecimento líquido (1 m (40 polegadas) de comprimento), com dois rolos no tanque, um sistema de remoção da água por vácuo, um aplicador de acabamento da fiação, três rolos de tração aquecidos, um forno com ar forçado (3 m (120 polegadas) de comprimento) e uma bobinadora Leesona®.

Os materiais utilizados na produção dos fios incluíram Atofina® 3462, um homopolímero de polipropileno com um índice de fluidez a quente de 3,7 e Atofina® 3281, um homopolímero de polipropileno com um índice de fluidez a quente de 1,3 (ambos disponíveis de ATOFINA Petrochemicals, Inc. de Houston, TX), um concentrado a 10% de uma

composição de um agente nucleante, especificamente Millad® 3988 (3,4-dimetil dibenzilideno sorbitol) num homopolímero de polipropileno de 12 MFI (disponível de Standridge Color Corporation, Social Circle, GA, USA), e um homopolímero de polietileno com um índice de fluidez a quente de 12 (disponível de TDL Plastics, de Houston, TX).

A Tabela 1, a seguir, indica as condições de produção de 37 amostras diferentes incluindo o material preparado (incluindo o polímero utilizado e a percentagem de peso total do agente nucleante no fundido), o tamanho do buraco da fieira em polegadas, o número total de filamentos extrudados, a temperatura do banho de água de arrefecimento, as velocidades dos rolos dos rolos de estiragem, a proporção de estiragem total (Rolo 3/Rolo 1), e a temperatura do forno de estiragem. Além disso, como o agente nucleante é providenciado numa composição concentrada a 10% do agente nucleante num homopolímero de polipropileno 12 MFI, o material preparado dessas amostras que incluem uma quantidade do agente nucleante irá também conter uma quantidade do homopolímero de polipropileno 12 MFI do concentrado. Por exemplo, uma amostra que é listada como contendo FINA 3462/0,2% Millad irá conter 0,2 % em peso do agente nucleante, 1,8 % em peso do homopolímero de polipropileno 12 MFI utilizado na produção da composição de agente nucleante 10%, e 98 % em peso do FINA 3462 homopolímero de polipropileno 3,7 MFI. Amostras A - N, X, Y e Z são para o propósito de comparação e não estão no âmbito da invenção.

Tabela 1

Amostra	Material	Tamanho do orifício da fieira	# Fils	Temp água	Rolo 1	Rolo 2	Rolo 3	DR	T Forno
		Polegadas	#	C	m/min	m/min	m/min		°C
A	Fina 3462	0,04	1	25	11,3	100	110	9,7	120
B	Fina 3462/0,2% Millad	0,04	1	25	8	123	123	15,4	140
C	Fina 3462/0,2% Millad	0,027	17	25	5	30	30	6,0	120
D	Fina 3462/0,2% Millad	0,027	17	25	5	37,5	37,5	7,5	150
E	Fina 3462/0,25% Millad	0,018	1	25	10,5	135	135	12,9	130
F	Fina 3462/0,25% Millad	0,018	8	25	9	85	85	9,4	130
G	Fina 3462/0,25% Millad	0,018	8	25	6	85	85	14,2	130
H	Fina 3462/0,25% Millad .	0,012	8	25	8,75	85	85	9,7	130
	Fina 3462/0,25% Miliad	0,012	8	25	9,5	85	85	8,9	130
J	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	25	8	85	85	10,6	130
K	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	25	6,25	85	85	13,6	130
L	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	25	5,5	85	85	15,5	130
M	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	25	5,5	85	85	15,5	130
N	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	5	25	5	85	85	17,0	130
O	Fine 3462/0,20% Millad	0,012	5	55	6	85	85	14,2	130
P	Fina	0,012	5	55	6	85	85	14,2	130

Amostra	Material	Tamanho do orifício da fieira	# Fils	Temp água	Rolo 1	Rolo 2	Rolo 3	DR	T Forno
		Polegadas	#	C	m/min	m/min	m/min		°C
	3462/0,20% Millad								
Q	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	73	5,25	84	85	16,2	130
R	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	85	5,5	84	85	15,5	130
S	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	85	5,25	84	85	16,2	130
T	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	82	4,75	84	85	17,9	145
U	Fina 3462/0,20% Millad	0,012	8	82	4,6	84	85	18,5	150
V	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4,5	84	85	18,9	140
W	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4,5	84	85	18,9	140
X	Fina 3281	0,012	8	75	6	84	85	14,2	130
Y	Fina 3281	0,012	8	75	4,5	84	85	18,9	140
Z	Fina 3281	0,012	8	75	4,25	84	85	20,0	140
AA	Fina 3281w/5% 12 MFI PE	0,012	8	75	5	84	85	17,0	130
BB	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4,75	84	85	17,9	150
CC	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4,25	84	85	20,0	140
DD	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4	84	85	21,3	140
EE	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4	84	85	21,3	140
FF	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4	84	85	21,3	140
GG	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	5	84	85	17,0	140

Amostra	Material	Tamanho do orifício da fieira	# Fils	Temp água	Rolo 1	Rolo 2	Rolo 3	DR	T Forno
		Polegadas	#	C	m/min	m/min	m/min		°C
HH	Fina 3281/0,2% Millad	0,012	8	75	4,75	84	85	17,9	140
ll	Fina 3281/0,2% Millad	0,008	20	75	4,25	84	85	20,0	140
JJ	Fina 3281/0,2% Millad	0,008	20	75	5,5	84	85	15,5	150
KK	Fina 3281/0,2% Millad	0,008	20	75	4,25	84	85	20,0	140

A seguir à produção, as amostras foram testadas relativamente a um número de propriedades físicas incluindo denier, denier por filamento, alongamento, tenacidade, módulo, e resiliência, todos de acordo com ASTM D2256-02, incorporado previamente por referência. Os resultados são mostrados a seguir na Tabela 2.

Tabela 2

Amostra	Material	Denier	Den/fil	Along	Ten	Mod	Res
		g/9000 m	g/9000m	%	g/d	g/d	g/d
A	Fina 3462	302	302	24	5,2	60	
B	Fina 3462/0,2% Millad	292	292	8	5,9	107	
C	Fina 3462/0,2% Millad	1300	76	21	5,5	50	
D	Fina 3462/0,2% Millad	1414	83	16	4,2	43	
E	Fina 3462/0,25% Millad	63	63	10	7,9	125	
F	Fina 3462/0,25% Millad	293	37	22	8,5		
G	Fina 3462/0,25% Millad	532	67	11,7	10,4	173	
H	Fina 3462/0,25% Millad	210	26	16,9	8,1	100	
I	Fina 3462/0,25% Millad	161	20	14,8	7,2	100	
J	Fina 3462/0,20% Millad	222	28	15,0	9,0	108	
K	Fina 3462/0,20% Millad	316	40	9,1	8,4	154	
L	Fina 3462/0,20% Millad	362	45	8,9	8,8	159	
M	Fina 3462/0,20% Millad	420	53	11,2	9,6	146	

Amostra	Material	Denier	Den/fil	Along	Ten	Mod	Res
		g/9000 m	g/9000m	%	g/d	g/d	g/d
N	Fina 3462/0,20% Millad	297	59	10,4	10,5	171	
O	Fina 3462/0,20% Millad	287	57	11,3	9,4	144	
P	Fina 3462/0,20% Millad	276	55	9,2	7,7	132	
Q	Fina 3462/0,20% Millad	406	51	9,3	11,6	207	
R	Fina 3462/0,20% Millad	369	46	14,0	8,2		
S	Fina 3462/0,20% Millad	390	49	14,0	8,4		
T	Fina 3462/0,20% Millad	345	43	9,3	10,4	189	
u	Fina 3462/0,20% Millad	324	41	8,8	10,9	201	
V	Fina 3281/0,2% Millad	353	44	7,3	9,3	185	
W	Fina 3281/0,2% Millad	358	45	6,9	9,7	203	
X	Fina 3281	329	41	12,5	9,3	131	0,75
Y	Fina 3281	301	38	10,7	10,3	160	0,73
Z	Fina 3281	316	40	9,7	9,8	165	0,66
AA	Fina 3281 w/5% 12MFI PE	328	41	14,0	8,9		
BB	Fina 3281/0,2% Millad	270	34	9,1	8,5	159	0,62
CC	Fina 3281/0,2% Millad	287	36	8,6	8,9	181	0,58
DD	Fina 3281/0,2% Millad	265	33	8,9	10,4	203	0,68
EE	Fina 3281/0,2% Millad	364	46	8,1	9,1	178	0,61
FF	Fina 3281/0,2% Millad	403	50	6,5	8,5	181	0,41
GG	Fina 3281/0,2% Millad	356	45	8,4	10,3	200	0,60
HH	Fina 3281/0,2% Millad	375	47	5,3	8,8	203	0,39
II	Fina 3281/0,2% Millad	396	20	6,4	8,3	178	0,46
JJ	Fina 3281/0,2% Millad	589	29	9,6	9,2	166	0,65
KK	Fina 3281/0,2% Millad	423	21	6,1	7,8	178	0,47

Análise da dispersão de Raios-X

As amostras foram estudadas através de dispersão de Raios-X de pequenos ângulos (SAXS). Os dados SAXS foram recolhidos num detetor multifilar Bruker AXS (Madison, Wis.) Hi-Star multi-wire detector colocado a uma distância de 105,45 cm da amostra num vácuo Anton-Paar. Foram gerados raios X ($\lambda=0,154178$ nm) com um ânodo rotativo MacScience (40 kV, 40 mA) e focado através de três furos a um tamanho de 0,2 mm. O sistema inteiro (gerador, detetor, trajeto do feixe, porta-amostras, e software) está comercialmente disponível

como unidade única de Bruker AXS. O detetor foi calibrado de acordo com as recomendações do fabricante utilizando uma amostra de behenato de prata.

Uma colheita de dados SAXS típica foi conduzida como se segue: Um feixe de filamento de polipropileno foi enrolado à volta de um suporte, que foi colocado no feixe de raios X dentro de uma câmara de vácuo para amostras Anton-Paar no equipamento de raios X. A câmara para amostras e o trajeto do feixe foram evacuados a menos de 100 mTorr e a amostra foi exposta ao feixe de raios X durante entre cerca de 45 minutos e uma hora. Foram colhidos quadros de dados bidimensionais pelo detetor e "unwarped" automaticamente pelo software do sistema.

Uma análise da distribuição da intensidade de dispersão ($2\theta = 0,2^\circ - 2,5^\circ$) nas direções equatorial ou meridional foi calculada a partir dos quadros de dados brutos através da divisão da dispersão em 2 regiões: uma região de dispersão equatorial, integrada de 2θ de entre cerca de 0,4 a cerca de 1,0 e ϕ de cerca de 60 a cerca de 120 e de cerca de 240 a cerca de 300 (zero ϕ sendo paralelo ao fio, ou vertical na Figura 4), e a região de dispersão meridional, integrada 2θ de entre de cerca de 0,4 e cerca de 1,0 e ϕ de cerca de -60 a cerca de 60 e de cerca de 120 a cerca de 240. As contagens totais foram somadas para cada uma das duas regiões e a proporção calculada e colocadas em tabelada para cada amostra na Tabela 3, a seguir.

Tabela 3

Amostra	Material	Dispersão Meridional	Dispersão Equatorial	Equatorial/ Meridional
		contagens	contagens	
A	Fina 3462	150499	18174	0,12
B	Fina 3462/0,2% Millad	83716	293818	3,51
C	Fina 3462/0,2% Millad	125348	20722	0,17
D	Fina 3462/0,2% Millad	169657	37642	0,22
E	Fina 3462/0,25% Millad	57067	265606	4,65
F	Fina 3462/0,25% Millad	28192	23494	0,83
G	Fina 3462/0,25% Millad	34164	182207	5,33
H	Fina 3462/0,25% Millad	14203	11505	0,81
I	Fina 3462/0,25% Millad	21722	17758	0,82
J	Fina 3462/0,20% Millad	36264	74971	2,07
K	Fina 3462/0,20% Millad	82734	662846	8,01
L	Fina 3462/0,20% Millad	47815	175599	3,67
M	Fina 3462/0,20% Millad	53247	323136	6,07
N	Fina 3462/0,20% Millad	89254	561719	6,29
O	Fina 3462/0,20% Millad	52212	313477	6,00
P	Fina 3462/0,20% Millad	57344	365467	6,37
Q	Fina 3462/0,20% Millad	107220	401479	3,74
R	Fina 3462/0,20% Millad	40419	59163	1,46
S	Fina 3462/0,20% Millad	48712	106876	2,19
T	Fina 3462/0,20% Millad	49098	153474	3,13
U	Fina 3462/0,20% Millad	65459	210907	3,22
V	Fina 3281/ 0,2% Millad	54222	220056	4,06

Amostra	Material	Dispersão Meridional	Dispersão Equatorial	Equatorial/ Meridional
		contagens	contagens	
W	Fina 3281/ 0,2% Millad	43058	257097	5,97
X	Fina 3281	53060	159811	3,01
Y	Fina 3281	57218	210415	3,68
Z	Fina 3281	45224	186045	4,11
AA	Fina 3281 w/5% 12MFI PE	35826	87938	2,45
BB	Fina 3281/0,2% Miliad	37907	98972	2,61
CC	Fina 3281/0,2% Miliad	54109	164494	3,04
DD	Fina 3281/0,2% Miliad	47656	202256	4,24
EE	Fina 3281/0,2% Miliad	51026	171581	3,36
FF	Fina 3281/0,2% Miliad	48872	181346	3,71
GG	Fina 3281/0,2% Miliad	49382	282585	5,72
HH	Fina 3281/0,2% Miliad	54467	348671	6,40
II	Fina 3281/0,2% Miliad	57703	260487	4,51
JJ	Fina 3281/0,2% Miliad	52353	178923	3,42
KK	Fina 3281/0,2% Miliad	46881	203281	4,34

Como pode ser visto com referência à Tabela 3, enquanto os materiais divulgados podem em alguns casos dar origem a um perfil de dispersão SAXS com ambas dispersão meridional e dispersão equatorial, a dispersão meridional é baixa comparada com a extremamente forte, única, dispersão equatorial dando origem a uma elevada proporção de dispersão equatorial para dispersão meridional. No mínimo, então, a presença de intensas asas de dispersão na direção equatorial determina as estruturas de cristais desejadas que conferem as propriedades de elevada tenacidade e elevado módulo encontrado nos fios multifilamento.

Será de apreciar que os exemplos supracitados, referidos como propósito de ilustração, não devem ser interpretados como limitando o âmbito desta invenção. Embora apenas algumas formas de realização exemplares tenham sido descritas em detalhe anteriormente, aqueles que são peritos na especialidade irão apreciar prontamente que são possíveis muitas modificações nas formas de realização exemplares sem se desviar de modo relevante dos novos ensinamentos e vantagens desta invenção. Desta forma, todas essas modificações são pretendidas estarem incluídas dentro do âmbito desta invenção que é definida nas reivindicações a seguir.

REIVINDICAÇÕES

1. Um método compreendendo:

produzir uma composição polimérica fundida compreendendo pelo menos um polipropileno e um agente nucleante:

fazer a extrusão da composição polimérica fundida através de múltiplos orifícios para produzir múltiplos filamentos (9) da composição polimérica em que os filamentos extrudados (9) cada em descreve um inchamento relativamente à fieira (31) adjacente ao orifício;

arrefecer os filamentos (9) num banho líquido (16), em que o banho líquido é aquecido a uma temperatura que está entre 50°C e 130°C e próximo da temperatura de cristalização máxima (T_c) da composição polimérica e a superfície do banho líquido (16) estando dentro da distância do inchamento relativamente à fieira (31);

recolher os filamentos (9) para formar um feixe de fibras multifilamento (28); e

estirar o feixe de fibras multifilamento (28) com uma proporção de estiragem maior que cerca de 6 para produzir um fio multifilamento estirado (30), em que o feixe de fibras multifilamento (28) é estirado enquanto é aquecido, a fonte de calor estando a uma temperatura entre cerca de 120°C e cerca de 150°C e o tempo de permanência dos filamentos (9) no banho líquido (16) sendo suficientemente longo para assegurar a cristalização dos filamentos (9).

2. O método da reivindicação 1, em que o polipropileno é um copolímero.

3. O método da reivindicação 1, em que a composição polimérica compreende pelo menos dois polipropilenos.
4. O método da reivindicação 1, em que o polipropileno tem um índice de fluidez a quente entre cerca de 0,2 e cerca de 50.
5. O método da reivindicação 1, em que o agente nucleante é um agente nucleante dibenzilideno sorbitol.
6. O método da reivindicação 1, em que o agente nucleante está presente na composição polimérica numa quantidade menor que cerca de 1% em peso da composição.
7. O método da reivindicação 1, em que cada orifício define um corte transversal máximo entre cerca de 0,051 (0,002 polegadas) e cerca de 1,27 mm (0,050 polegadas).
8. O método da reivindicação 1, em que os filamentos (9) são extrudados a uma proporção entre cerca de 1 m por minuto e cerca de 25 metros por minuto.
9. O método da reivindicação 1, compreendendo além disso passar os filamentos (9) através de um manto gasoso antes de arrefecer os filamentos (9) no banho líquido (16).
10. O método da reivindicação 1, compreendendo além disso aplicar um lubrificante ao feixe de fibras (28).
11. O método da reivindicação 1, em que o feixe de fibras (28) é estirado num forno (43) aquecido a uma temperatura entre cerca de 120°C e cerca de 150°C.
12. O método da reivindicação 1, em que o feixe de fibras (28) é estirado utilizando rolos de estiragem

aquecidos (32, 34), aquecidos a uma temperatura entre cerca de 120°C e cerca de 150°C.

13. O método da reivindicação 1, em que a proporção de estiragem é entre cerca de 6 e cerca de 25.
14. O método da reivindicação 1, em que a proporção de estiragem é maior que cerca de 10.
15. O método da reivindicação 1, compreendendo além disso estirar o fio multifilamento estirado (30) uma segunda vez, em que a segunda proporção de estiragem é menor que a primeira proporção de estiragem.
16. O método da reivindicação 1, compreendendo além disso a termofixação do fio multifilamento estirado (30).
17. O método da reivindicação 1, em que a proporção da dimensão de corte transversal máxima de um único orifício para a dimensão de corte transversal máxima de um único filamento estirado (9) extrudado desse orifício é entre cerca de 1 e cerca de 10.
18. O método da reivindicação 1, em que a proporção da dimensão de corte transversal máxima de um único orifício para a dimensão de corte transversal máxima de um único filamento estirado (9) extrudado desse orifício é entre cerca de 3 e cerca de 8.
19. O método da reivindicação 1, compreendendo além disso cortar o fio multifilamento estirado (30) em comprimentos menores que cerca de 127 mm (5 polegadas) para formar um material de reforço para um material de matriz.

20. O método da reivindicação 19, compreendendo além disso deformar, desgastar, ou retalhar o fio multifilamento estirado (30).
21. O método da reivindicação 19, em que o material de matriz é selecionado do grupo constituído por adesivos, asfalto, plástico, borracha, e composições cimentícias hidratáveis.
22. O método da reivindicação 1, compreendendo além disso produzir um produto secundário compreendendo o fio multifilamento estirado (30), o produto secundário sendo selecionado do grupo constituído por uma corda, um tecido, e um falso tecido.
23. O método da reivindicação 1, em que o polipropileno tem um índice de fluidez a quente entre cerca de 2 e cerca de 50.
24. Um fio multifilamento estirado obtido através do método descrito em qualquer das reivindicações 1-23, compreendendo pelo menos três filamentos (9), cada filamento (9) compreendendo um polipropileno e tendo um denier menor que cerca de 300 gramas/9000 metros, o fio multifilamento estirado (30) tendo sido estirado a uma proporção de estiragem maior que cerca de 6 e tendo um módulo maior que cerca de 88,3 cN/dtex (100 gramas/denier), **caracterizado por** pelo menos um dos filamentos (9) possuir mais de cerca de 80% de cristalinidade de acordo com as técnicas de medição WAXS, ou pelo menos um dos filamentos (9) ter uma proporção da intensidade equatorial para a intensidade meridional maior que cerca de 1,0 de acordo com as técnicas de medição SAXS e em que o fio (30) exhibe um alongamento menor que cerca de 10%.

25. O fio multifilamento da reivindicação 24, em que o fio (30) tem uma tenacidade maior que 4,4 cN/dtex (5 gramas/denier).
26. O fio multifilamento da reivindicação 24, em que cada filamento (9) tem um denier entre cerca de 0,5 gramas/9000 metros e cerca de 100 gramas/9000 metros.
27. O fio multifilamento da reivindicação 24, em que o fio (30) tem um módulo maior que 132,5 cN/dtex (150 gramas/denier).
28. O fio multifilamento da reivindicação 24, em que o fio (30) tem uma tenacidade maior que 6,2 cN/dtex (7 gramas/denier).
29. O fio multifilamento da reivindicação 24, em que pelo menos um dos filamentos (9) tem uma proporção da intensidade equatorial para intensidade meridional maior que cerca de 3,0 de acordo com as técnicas de medição SAXS.
30. O fio multifilamento da reivindicação 24, o fio (30) compreende além disso um agente nucleante.
31. O fio multifilamento da reivindicação 30, em que o agente nucleante é um agente nucleante dibenzilideno sorbitol.
32. O fio multifilamento da reivindicação 24, em que o fio (30) está contido num produto secundário selecionado do grupo constituído por uma corda, um tecido, e um falso tecido.
33. O fio multifilamento da reivindicação 24, em que o fio (30) tem um comprimento menor que cerca de 127

mm (5 polegadas) e em que o fio (30) é para reforçar um material de matriz.

34. O fio multifilamento da reivindicação 33, em que o fio (30) tem menos de cerca de 76,2 mm (3 polegadas) de comprimento.
35. O fio multifilamento da reivindicação 33, em que o fio (30) tem menos de cerca de 25,4 mm (1 polegada) de comprimento.
36. O fio multifilamento da reivindicação 33, em que o material de reforço é para reforçar uma composição cimentícia hidratável.
37. O fio multifilamento da reivindicação 33, em que o fio (30) tem uma tenacidade maior que 4,4 cN/dtex (5 gramas/denier).

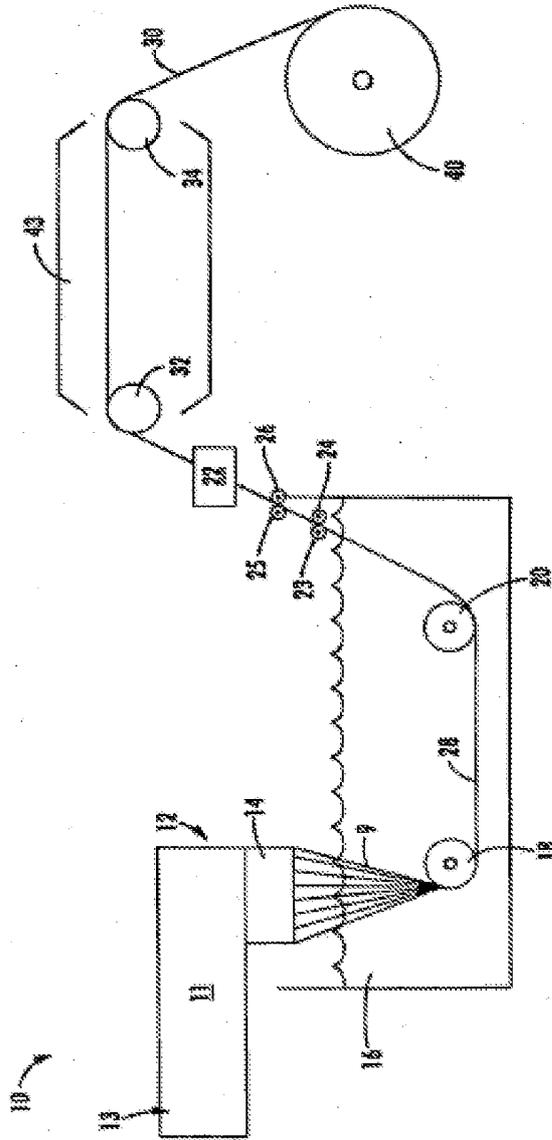


FIG. 1

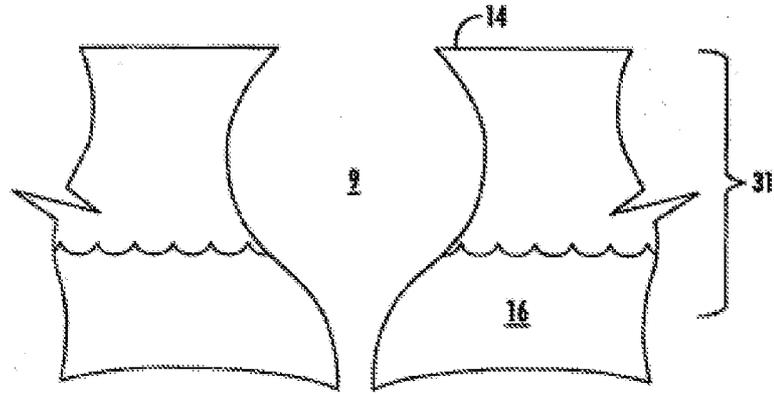


FIG. 2

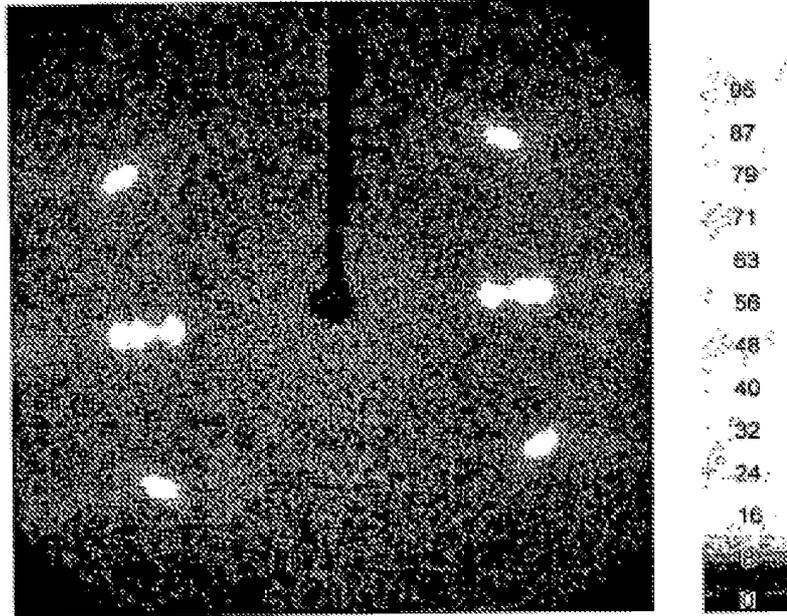


FIG. 3

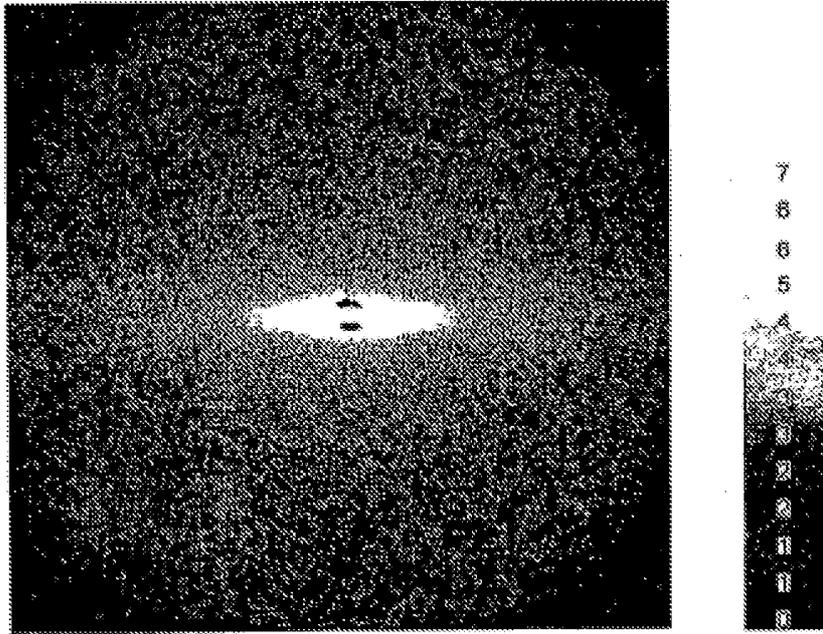


FIG. 4