



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

(11) PI 0709652-6 B1

(22) Data do Depósito: 28/03/2007

(45) Data de Concessão: 28/08/2018



(54) Título: PROCESSO PARA PREPARAÇÃO CONTÍNUA DE SOLUÇÕES, PROCESSO PARA PREPARAÇÃO CONTÍNUA DE ARTIGOS MOLDADOS A PARTIR DE PASTAS DE UHMW PO DE PESO MOLECULAR ULTRA-ALTO

(51) Int.Cl.: C08J 3/00; B29C 47/00

(30) Prioridade Unionista: 30/03/2006 US 11/393.218

(73) Titular(es): HONEYWELL INTERNATIONAL INC.

(72) Inventor(es): THOMAS Y-T TAM; QIANG ZHOU; JOHN A. YOUNG; CHARLES R. ARNETT; JOHN D. BRODIE; CONOR J. TWOMEY; LORI L. WAGNER; SHELDON KAVESH

(85) Data do Início da Fase Nacional: 30/09/2008

PROCESSO PARA PREPARAÇÃO CONTÍNUA DE SOLUÇÕES, PROCESSO
PARA PREPARAÇÃO CONTÍNUA DE ARTIGOS MOLDADOS A PARTIR DE
PASTAS DE UHMW PO DE PESO MOLECULAR ULTRA-ALTO
ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

5 1. Campo da Invenção

A presente invenção refere-se a um processo para
preparação contínua de soluções de poli(alfa-olefina) de
alto peso molecular e artigos moldados feitos das mesmas.

2. Descrição da Técnica Associada

10 Foram descritos na técnica anterior diversos
processos para fiação de soluções de polímeros de alto peso
molecular. A fiação de solução de polietileno de alto peso
molecular foi descrita nas Patentes Norte-Americanas
(USP's) n° US 4.413.110, n° US 4.344.908, n° US 4.430.383 e
15 n° US 4.663.101, por exemplo, sendo todas as mesmas aqui
incorporadas a título de referência na medida em que não
sejam incompatíveis com o presente pedido. A fiação de
soluções de álcool polivinílico de alto peso molecular e de
poliacrilonitrila de alto peso molecular foi descrita nas
20 Patentes Norte-Americanas (USP's) n° US 4.440.711 e n° US
4.883.628, respectivamente.

Métodos de preparação contínua de soluções de
polímeros de alto peso molecular em combinação com fiação
de solução foram descritos nas patentes norte americanas
25 USP's n° US 4.413.110, n° 4.440.711, n° 4.663.101, n° US
4.668.717, n° US 4.784.820, n° US 4.883.628, n° US

5.032.338, n° WO 2005/066400, n° WO 2005/066401 e em uma publicação intitulada "Suspension Spinning of Ultra-high Molecular Weight Polyethylene" [*Fiação de Solução de Polietileno de Peso Molecular Ultra-alto*] da autoria de J. Smook e A. J. Pennings, *Polymer Bulletin*, 10, 291-297 (1983).

O documento norte americano n° US 4.413.110 descreveu um processo em que uma pasta de polietileno de alto peso molecular é formada em um primeiro vaso. Com um tempo de residência suficiente, a pasta é convertida em uma solução em um misturador intensivo. A solução de polímero é alimentada para um dispositivo de extrusão e em seguida para uma fiandeira ("spinneret") por meio de uma bomba de engrenagens.

O documento norte americano n° US 4.668.717 descreveu um processo no qual uma suspensão de polietileno de alto peso molecular em decalina à temperatura ambiente foi alimentada para um dispositivo de extrusão de rosca dupla co-rotativa com seções alternadas de mistura e transporte. Com suficientes tempo de residência, taxa de cisalhamento e temperatura, foi formada uma solução do polímero no dispositivo de extrusão e a mesma foi fornecida para uma abertura, opcionalmente por meio de uma bomba de engrenagens. O documento n° WO 2005/066400 e o documento n° WO 2005/066401 descrevem a utilização de um dispositivo de extrusão de rosca dupla para formação de uma solução de polímero em combinação com condições específicas de fiação

e estiramento.

O documento norte americano nº US 4.784.820 descreveu um processo em que uma pasta de polímero de alto peso molecular é formada e transferida sob pressão por meio de uma bomba de deslocamento positivo para um dispositivo de extrusão de rosca. Com tempo de residência e temperatura suficientes, é formada uma solução no dispositivo de extrusão, que é alimentada para uma fiandeira por meio de uma bomba reguladora ("metering pump").

O documento norte americano nº US 5.032.338 descreveu dois processos. Em um processo, uma pasta de polietileno de alto peso molecular é formada em um vaso e em seguida é feita passar através de um tubo helicoidal aquecido e diretamente para uma fiandeira. Em um segundo processo, uma pasta de polietileno de alto peso molecular é formada em um vaso de mistura. A pasta é feita passar através de um dispositivo pré-aquecedor com tempo e temperatura suficientes para dissolver 5 até 50% de polímero. O processo de dissolução é completado em um dispositivo de extrusão de rosca e a solução é enviada para uma bomba de engrenagens e uma fiandeira. A distribuição de tamanhos de partículas do polietileno era tal que pelo menos 75% por peso das partículas se encontravam na faixa de tamanho de 100 até 400 micra.

A publicação mencionada acima, da autoria de J. Smook e A. J. Pennings, descreveu a preparação semi-contínua de soluções de polietileno de alto peso molecular.

Uma suspensão de pó de polietileno foi formada em uma solução de estearato de alumínio em um solvente misto consistindo em 80/20 volume/volume de óleo de parafina/1,2,4-triclorobenzeno com uma densidade 5 equivalente à densidade do polietileno. A solução de polietileno foi formada mediante bombeamento desta suspensão através de um tubo helicoidal aquecido com um tempo de residência de cerca de 30 minutos. Foi observado que foram requeridos cuidados especiais para evitar 10 entupimento do tubo.

Cada uma das patentes e publicações citadas acima representou um avanço no estado da técnica. Entretanto, nenhuma das mesmas descreveu o processo específico da presente invenção e nenhuma atendeu todas as necessidades 15 atendidas pela presente invenção. Estes métodos da técnica anterior tinham várias desvantagens. Os misturadores intensivos e extrusoras de rosca descritos por várias das patentes da técnica anterior requerem tanto um elevado investimento de capital quanto amplos recursos de 20 alimentação de energia. São dispositivos excelentes para mistura de distribuição porém são dispositivos muito dispendiosos para provisão de tempo de residência. Para proporcionar o tempo de residência suficiente para a completação do processo de dissolução nestes dispositivos, 25 as taxas de rendimento e as capacidades de produção foram sub-utilizadas. Os dispositivos tubulares de dissolução descritos no documento norte americano nº US 5.032.338 e no

artigo anteriormente mencionado de Smook e Pennings eram sensíveis à distribuição de tamanhos de partículas do polímero e/ou tinham tendência a entupimento.

Existe uma necessidade de um processo robusto capaz de produzir materiais resistentes com elevada capacidade de produção, que seja insensível à distribuição de tamanhos de partículas do polímero e que reduza os requisitos financeiros e energéticos.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

A presente invenção consiste em um processo de alta produtividade para preparação contínua de soluções de poli(alfa-olefinas) de peso molecular ultra-alto e artigos moldados feitos das mesmas. Para os propósitos da invenção, uma poli(alfa-olefina) de peso molecular ultra-alto (doravante aqui opcionalmente abreviada como UHMW PO) é definida como tendo uma viscosidade intrínseca medida em decalina a 135° C de 5 até 45 dl/g. A UHMW PO pode ser um homopolímero, tal como por exemplo, polietileno, polipropileno, polibuteno-1, ou pode ser um copolímero de alfa-olefinas, ou pode consistir em pelo menos 50 mole% de um monômero de alfa-olefina co-polimerizado com um monômero não-olefínico.

Em uma primeira configuração, a invenção consiste em um processo para preparação contínua de soluções compreendendo até 50% por peso de UHMW PO possuindo uma viscosidade intrínseca de 5 até 45 dl/g medida em decalina a 135° C compreendendo as etapas de:

5 a) formação de uma pasta de partículas de UHMW PO em um solvente para a UHMW PO a uma primeira temperatura inferior à temperatura em que as partículas de UHMW PO se irão dissolver no solvente;

10 b) processamento da pasta através de uma extrusora operando de tal forma que uma mistura do solvente e da UHMW PO é formada a uma segunda temperatura acima da temperatura de fusão da UHMW PO, e em que a taxa de rendimento da UHMW PO na mistura é pelo menos a quantidade $2,5 D^2$ ($2,5 \times D \times D$) gramas por minuto em que D representa o diâmetro de rosca da extrusora em centímetros;

15 c) opcionalmente, descarga da mistura da extrusora através de uma bomba de deslocamento positivo;

20 d) passagem da mistura através de um vaso aquecido a uma temperatura superior à temperatura de fusão da UHMW PO, com o vaso tendo um volume tal que o tempo médio de residência da mistura no vaso é de 2 até 120 minutos, sendo assim formada uma solução da UHMW PO.

25 Em uma outra configuração, a invenção consiste em um processo para preparação contínua de artigos moldados a partir de pastas de UHMW PO compreendendo as etapas de:

- a) formação de uma pasta de partículas de UHMW PO possuindo uma viscosidade intrínseca medida em decalina a 135° C de 5 até 45 dl/g em um solvente para a UHMW PO a uma primeira temperatura inferior à temperatura em que as partículas de UHMW PO se irão dissolver no solvente;
- b) processamento da pasta através de uma extrusora operando de tal forma que uma mistura do solvente e da UHMW PO é formada a uma segunda temperatura acima da temperatura de fusão da UHMW PO, e em que a taxa de rendimento da UHMW PO na mistura é pelo menos a quantidade $2,5 D^2$ ($2,5 \times D \times D$) gramas por minuto em que D representa o diâmetro de rosca da extrusora em centímetros;
- c) opcionalmente, descarga da mistura da extrusora através de uma bomba de deslocamento positivo;
- d) passagem da mistura através de um vaso aquecido a uma temperatura superior à temperatura de fusão da UHMW PO, com o vaso tendo um volume tal que o tempo médio de residência da mistura no vaso é de 2 até 120 minutos, sendo assim formada uma solução da UHMW PO;
- e) passagem da solução assim formada para fora

- do vaso através de uma bomba de deslocamento positivo e através de um orifício de conformação, com a solução encontrando-se a uma temperatura inferior ao ponto de ebulição em ambiente atmosférico do solvente para formação de um artigo moldado de solução;
- 5 f) opcionalmente, estiramento do artigo moldado de solução;
- g) esfriamento do artigo moldado de solução para formação de um artigo moldado de gel;
- 10 h) opcionalmente, estiramento do artigo moldado de gel;
- i) remoção do solvente do artigo moldado de gel para formação de um artigo moldado sólido; e
- 15 j) opcionalmente, estiramento do artigo sólido em uma ou mais etapas a temperaturas de 25° C até 165° C.

Em uma outra configuração, a invenção consiste em um artigo moldado de gel preparado de acordo com o método

20 acima. Em uma outra configuração ainda, a invenção consiste em um artigo moldado sólido preparado de acordo com o método acima.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

A preparação de soluções de UHMW PO não é uma

25 tarefa trivial. Uma das dificuldades encontra-se na determinação do momento em que se formou uma solução. Alguns trabalhadores da técnica anterior supuseram que a

formação de um líquido transparentes constituía uma indicação do ponto de término do processo de dissolução e uma prova de homogeneidade. A falácia desta suposição foi ilustrada em um estudo da dissolução de uma única partícula de polietileno de peso molecular ultra-elevado de cerca de 150 micra de diâmetro em um solvente estático em um microscópio de estágio quente (M. Rammoorthy, Honeywell International Inc., trabalho não publicado). Quando a temperatura de estágio quente se aproximou do ponto de fusão do polietileno, a partícula aparentemente "dissolveu-se" gradualmente em suas margens periféricas e subseqüentemente desapareceu através de uma estreita faixa de temperatura e em um prazo de tempo curto. Entretanto, quando o estágio quente foi esfriado, a partícula recristalizou-se e reapareceu. A partícula não se tinha portanto dissolvido. Aparentemente, a partícula simplesmente tinha derretido sem se dissolver. No estado fundido, a partícula não pode ser vista devido ao fato de o índice de refração do polietileno fundido ser muito próximo do índice do solvente. Desta forma, o surgimento de um líquido transparente não constitui uma indicação de que o polietileno de peso molecular ultra-elevado tenha sido dissolvido e não constitui uma indicação de formação de uma "solução homogênea".

Para formação de uma solução de UHMW PO, duas condições são axiomáticas. Em primeiro lugar, a temperatura deve ser próxima ou superior à temperatura de fusão do

polímero cristalino. Em segundo lugar, deverá haver tempo suficiente para o solvente se difundir para o interior do polímero e para o polímero se difundir no solvente.

A situação torna-se mais complexa quando se
5 considera um conjunto de partículas com, por exemplo, concentrações de UHMW PO superiores a 2% por peso. Quando uma pasta de partículas de UHMW PO em um solvente é aquecida para uma temperatura próxima do ponto de fusão do polímero, as partículas coalescem e aglomeram-se. A mistura
10 de solvente/polímero compreende então domínios de concentrações de polímero tanto muito elevadas quanto muito baixas, com os diferentes domínios possuindo viscosidades radicalmente diferentes. Este problema não parece ter sido reconhecido por outros técnicos.

15 A tarefa de preparação de soluções de UHMW PO em concentrações de cerca de 2% por peso até cerca de 50% por peso pode ser considerada como tendo as seguintes etapas:

- 20 1. Formação de uma pasta, isto é, uma dispersão de partículas do polímero sólido, em um solvente capaz de dissolver o polímero.
2. Aquecimento da pasta para fusão do polímero e para formação de uma mistura líquida em condições intensas de mistura promotora de distribuição e dispersão com o objetivo de
25 reduzir os tamanhos de domínios de polímero fundido e solvente na mistura para dimensões microscópicas.

3. Aguardar por um tempo suficiente a ocorrência de difusão do solvente para o interior do polímero e do polímero no solvente.

5 Nos processos da técnica anterior, tentava-se realizar o segundo e o terceiro estágios em dispositivos de mistura intensiva tais como extrusoras mediante operação destes dispositivos a uma capacidade menor que sua capacidade de rendimento com o objetivo de proporcionar
10 tempo de residência. O resultado era uma utilização ineficiente das capacidades de produção destas máquinas dispendiosas e de alto consumo de energia. A capacidade de uma extrusora situa-se em uma escala de aproximadamente o quadrado do diâmetro da rosca. Uma figura de mérito para
15 uma operação de extrusão consiste portanto na proporção entre a taxa de rendimento do polímero e o quadrado do diâmetro da rosca. A presente invenção consiste em um processo que economiza requisitos tanto de capital quanto de energia e que é capaz de produzir materiais resistentes
20 com uma elevada capacidade de produção. A invenção também inclui os materiais produzidos com esse processo.

Em uma configuração, a invenção consiste em um processo para preparação contínua de soluções compreendendo até 50% por peso de UHMW PO possuindo uma viscosidade
25 intrínseca medida em decalina a 135° C de 5 até 45 dl/g compreendendo as etapas de:

a) formação de uma pasta de UHMW PO em um

solvente para a UHMW PO a uma primeira temperatura inferior à temperatura em que as partículas de UHMW PO se irão dissolver no solvente;

5 b) processamento da pasta através de uma extrusora operando de tal forma que uma mistura do solvente e da UHMW PO é formada a uma segunda temperatura acima da temperatura de fusão da UHMW PO, e em que a taxa de
10 rendimento da UHMW PO na mistura é pelo menos a quantidade $2,5 D^2$ ($2,5 \times D \times D$) gramas por minuto em que D representa o diâmetro de rosca da extrusora em centímetros;

 c) opcionalmente, descarga da mistura da
15 extrusora através de uma bomba de deslocamento positivo;

 d) passagem da mistura através de um vaso aquecido a uma temperatura superior à temperatura de fusão da UHMW PO, com o vaso
20 tendo um volume tal que o tempo médio de residência da mistura no vaso é de 2 até 120 minutos, sendo assim formada uma solução da UHMW PO.

 O processo de alta produtividade de acordo com a
25 invenção produz soluções de UHMW PO com uniformidade e homogeneidade aperfeiçoadas em comparação com a técnica anterior, conforme é demonstrado pela capacidade de

produção de fibras resistentes a partir dessas soluções.

Preferencialmente, no processo de acordo com a invenção, o tempo médio de residência da mistura na extrusora é de no máximo a quantidade $0,6 D$ ($0,6 \times D$) em
5 que D é o tamanho de rosca em centímetros. Mais preferencialmente, o tempo médio de residência da mistura na extrusora é de pelo menos a quantidade $0,4 D$. O tempo médio de residência é definido como o volume livre da extrusora (espaço interno menos rosca) dividido pela taxa
10 de rendimento volumétrico, por exemplo, volume livre em cm^3 dividido pela taxa de rendimento em cm^3/min resultando em um tempo médio de residência em minutos.

Preferencialmente, no processo de acordo com a presente invenção, a taxa de rendimento de UHMW PO é de
15 pelo menos $4 D^2$ gramas/min em que D é o diâmetro de rosca da extrusora em centímetros. Mais preferencialmente, a taxa de rendimento de UHMW PO é de pelo menos $6 D^2$ gramas/min em que D é o diâmetro de rosca da extrusora em centímetros. Ainda mais preferencialmente, a taxa de rendimento de UHMW
20 PO é de pelo menos $10 D^2$ gramas/min em que D é o diâmetro de rosca da extrusora em centímetros. Presentemente, o processo de acordo com a invenção obteve um múltiplo de $15,8 D^2$. Entretanto, à medida que o processo de acordo com a invenção aumenta de escala e é tornado mais eficiente, é
25 previsto que serão alcançados múltiplos ainda mais elevados tais como $20 D^2$, $30 D^2$ e $40 D^2$. Mais preferencialmente, a taxa de rendimento de UHMW PO é de $2,5 D^2$ até $40 D^2$

gramas/min em que D é o diâmetro de rosca da extrusora em centímetros.

A extrusora empregada no processo de acordo com a invenção tem como função transformar a pasta de polímero em
5 uma mistura íntima de polímero fundido e solvente, idealmente com tamanhos de domínios de dimensões microscópicas. A extrusora deverá ter capacidades suficientes de aquecimento e mistura distributiva para realizar este objetivo. A extrusora poderá ser uma
10 extrusora de rosca única, ou poderá ser uma extrusora de rosca dupla sem contato entre roscas ou uma extrusora de rosca dupla de contra-rotação com encaixe entre roscas. Preferencialmente, a extrusora empregada no processo de acordo com a presente invenção é uma extrusora de rosca
15 dupla co-rotativa com encaixe entre roscas. Preferencialmente, os elementos de rosca da extrusora de rosca dupla co-rotativa com encaixe entre roscas são elementos de transporte de avanço.

A mistura líquida produzida na extrusora é
20 descarregada para um vaso aquecido, opcionalmente através de uma bomba de deslocamento positivo tal como uma bomba de engrenagens. O vaso aquecido proporciona o tempo de residência necessário para permitir a transformação da mistura íntima de polímero/solvente em uma solução
25 verdadeira. Um tempo de residência excessivamente curto impede uma formação de solução plena. Um tempo de residência excessivamente longo pode causar degradação de

polímero. Preferencialmente, o tempo de residência médio no vaso é de 2 até 90 minutos. Mais preferencialmente, o tempo de residência médio no vaso é de 4 até 60 minutos. O tempo médio de residência é definido como o volume interno do vaso dividido pela taxa de rendimento volumétrica, por exemplo, o volume em cm^3 dividido pela taxa de rendimento em cm^3/min produzindo como resultado o tempo médio de residência em minutos.

O vaso aquecido pode ter qualquer formato desde que seu volume interno seja suficiente para proporcionar o tempo de residência necessário. Entretanto, é desejável que a distribuição de tempo de residência no vaso seja tão restrita quanto possível. É preferencial que o vaso seja constituído por um tubo aquecido. O tubo aquecido pode ser uma extensão reta de tubo, ou pode ter curvas, ou pode consistir em um formato helicoidal. O tubo pode compreender seções de diferentes comprimentos e diâmetros selecionadas de forma a assegurar que não ocorram quedas de pressão excessivas através do tubo. Na medida em que a mistura de polímero/solvente que ingressa no tubo é altamente pseudo-plástica, é preferencial que o tubo aquecido contenha um ou mais misturadores estáticos para redistribuição do fluxo através da seção transversal do tubo a intervalos, e/ou para proporcionar uma dispersão adicional.

O aquecimento pode ser provido por uma bainha externa e circulação de fluido de transferência térmica, ou o tubo pode ser aquecido eletricamente por meio de contato

com elementos resistivos, ou o tubo pode ser aquecido por acoplamento de indução a uma fonte de energia. É preferencial que o aquecimento seja realizado por circulação externa de um fluido de transferência térmica.

5 A produtividade do processo de acordo com a invenção e as propriedades dos artigos produzidos dependem da concentração da solução de UHMW PO e do grau de aproximação de uma solução homogênea ideal. Concentrações mais elevadas de polímero proporcionam um potencial para
10 maior produtividade mas são também mais difíceis de dissolver. Preferencialmente, a concentração de UHMW PO na solução é de 2 até 30% por peso (2 até 30 por cento de UHMW PO por peso de solução). Mais preferencialmente, a concentração de UHMW PO na solução é de 5 até 20% por peso.

15 Preferencialmente, a UHMW PO é um polietileno linear possuindo uma viscosidade intrínseca de 9 até 30 dl/g medida em decalina a 135° C. Geralmente, são obtidas propriedades de fibra mais aperfeiçoadas com polietileno de viscosidade intrínseca mais elevada, porém com uma
20 viscosidade intrínseca mais elevada o processo de dissolução requer geralmente tempos de residência mais longos.

 Preferencialmente, o polietileno linear tem menos de dois grupos substituintes por cada 1000 átomos de
25 carbono, e mais preferencialmente, menos de um grupo substituinte por cada 1000 átomos de carbono.

 O solvente empregado no processo de acordo com a

presente invenção é preferencialmente selecionado do grupo que consiste em solventes alifáticos, aromáticos, cicloalifáticos, alifáticos halogenados, aromáticos halogenados, cicloalifáticos halogenados e misturas dos
5 mesmos. Mais preferencialmente, o solvente é selecionado do grupo que consiste em óleo mineral e decalina ou mistura dos mesmos.

A formação da pasta de UHMW PO no solvente pode ser realizada em um tanque de mistura com agitação. As
10 partículas de UHMW PO e o solvente podem ser alimentados continuamente para o tanque de mistura com a pasta formada sendo descarregada para a extrusora. O tanque de mistura pode ser aquecido. A temperatura e o tempo de residência da pasta no tanque de mistura são opcionalmente de tal ordem
15 que as partículas de UHMW PO irão absorver pelo menos 5% por peso de solvente a uma temperatura inferior àquela em que a UHMW PO se dissolverá. Preferencialmente, a temperatura da pasta que abandona o tanque de mistura é de cerca de 40° C até cerca de 100° C.

20 São contemplados vários modos alternativos de alimentação da extrusora. Uma pasta de UHMW PO formada em um tanque de mistura pode ser alimentada para a tremonha de alimentação da extrusora sem pressão. Preferencialmente, uma pasta ingressa em uma zona de alimentação selada da
25 extrusora sob uma pressão positiva de cerca de 20 KPa (0,2039 kgf/cm²). A pressão de alimentação aumenta a capacidade de transporte da extrusora. Alternativamente, a

pasta pode ser formada na extrusora. Neste caso, as partículas de UHMW PO podem ser alimentadas para uma tremonha de alimentação de extrusora aberta e o solvente é bombeado para a extrusora em uma posição mais avançada em
5 cerca de uma ou duas seções de carcaça na máquina. Em outro modo de alimentação alternativo adicional, é formada uma pasta concentrada em um tanque de mistura. Esta pasta ingressa na extrusora na zona de alimentação. Uma corrente de solvente puro pré-aquecida para uma temperatura acima da
10 temperatura de fusão do polímero ingressa na extrusora em uma posição várias zonas mais avançada. Deste modo, uma parte do trabalho de aquecimento do processo é transferida para fora da extrusora e sua capacidade de produção é aumentada.

15 Em uma outra configuração, a invenção consiste em um processo para formação contínua de artigos moldados a partir de pastas de UHMW PO. Preferencialmente, o artigo moldado é selecionado do grupo que consiste em uma fibra, uma fita, um filme, uma folha e um tubo. Para os propósitos
20 da presente invenção, uma fibra é um corpo alongado cuja dimensão de comprimento é muito maior que as dimensões transversais de largura e espessura. Desta forma, o termo fibra inclui filamentos, fitas, tiras e similares possuindo seções transversais regulares ou irregulares. Um fio é uma
25 perna contínua compreendida por muitas fibras ou filamentos.

Nesta configuração, o processo de acordo com a

invenção compreende as etapas de:

- 5 a) formação de uma pasta de partículas de UHMW PO possuindo uma viscosidade intrínseca de 5 até 45 dl/g em um solvente para a UHMW PO a uma primeira temperatura inferior à temperatura em que a UHMW PO se irá dissolver no solvente;
- 10 b) processamento da pasta através de uma extrusora operando de tal forma que uma mistura do solvente e da UHMW PO é formada a uma segunda temperatura acima da temperatura de fusão da UHMW PO, e em que a taxa de rendimento da UHMW PO na mistura é pelo menos a quantidade $2,5 D^2$ ($2,5 \times D \times D$) gramas por
- 15 minuto em que D representa o diâmetro de rosca da extrusora em centímetros;
- c) opcionalmente, descarga da mistura da extrusora através de uma bomba de deslocamento positivo;
- 20 d) passagem da mistura através de um vaso aquecido a uma temperatura superior à temperatura de fusão da UHMW PO, com o vaso tendo um volume tal que o tempo médio de residência da mistura no vaso é de 2 até 120
- 25 minutos, sendo assim formada uma solução da UHMW PO;
- e) passagem da solução assim formada para fora

- do vaso através de uma bomba de deslocamento positivo e através de um orifício de conformação, com a solução encontrando-se a uma temperatura inferior ao ponto de ebulição em ambiente atmosférico do solvente para formação de um artigo moldado de solução;
- 5 f) opcionalmente, estiramento do artigo moldado de solução;
- g) esfriamento do artigo moldado de solução para formação de um artigo moldado de gel;
- 10 h) opcionalmente, estiramento do artigo moldado de gel;
- i) remoção do solvente do artigo moldado de gel para formação de um artigo moldado sólido; e
- 15 j) opcionalmente, estiramento do artigo sólido em uma ou mais etapas a temperaturas de 25° C até 165° C.

A invenção também inclui adicionalmente artigos moldados de gel e artigos moldados sólidos selecionados do grupo que consiste em fibras, fitas, filmes, folhas e tubos de gel e fibras, fitas, filmes, folhas e tubos sólidos, preparados de acordo com o método acima. Os artigos moldados sólidos são úteis em aplicações tais como proteção balística, escudos contra estilhaços, compósitos reforçados de plásticos e concreto, cordas, redes, velas de navegação, materiais para sutura, calotas para proteção de antenas de radar, tubulações e muitas outras.

20

25

Preferencialmente, o artigo de acordo com a invenção é uma fibra de UHMW PO possuindo uma tenacidade de pelo menos 27 g/d (23,8 cN/dtex), mais preferencialmente pelo menos 35 g/d (30,9 cN/dtex), ainda mais preferencialmente 40 g/d (35,3 cN/dtex), e ainda mais preferencialmente, pelo menos 50 g/d (44,1 cN/dtex).

Os exemplos a seguir são apresentados para proporcionarem uma compreensão mais completa da invenção. As técnicas específicas, condições específicas, materiais específicos, proporções e dados relatados aqui apresentados para ilustração dos princípios da invenção são exemplares e não devem ser interpretados como constituindo limitações do escopo da invenção.

EXEMPLOS

Exemplo Comparativo 1

Uma suspensão de 20% por peso de uma UHMW PO compreendendo polietileno com uma viscosidade intrínseca de 18,5 dl/g foi preparada em decalina à temperatura ambiente. A suspensão foi extrudada através de uma extrusora de rosca dupla co-rotativa com contato entre as roscas, marca Werner and Pfleiderer, tipo ZSK com um diâmetro de rosca de 30 mm (3 cm), e uma razão comprimento/diâmetro de 27. A temperatura do extrudado foi de cerca de 180° C. O tempo de residência na extrusora foi de 3 minutos. O tempo de residência na extrusora foi maior que a quantidade $0,6 D = 0,6 \times 3 = 1,8$ min. em que D é o diâmetro de rosca da extrusora em centímetros.

O fabricante da extrusora, Werner and Pfleiderer, indica que o volume livre desta máquina (volume do espaço interno menos o volume de rosca) é de 362 cm³. Um tempo de residência de 3 minutos correspondeu a uma taxa de rendimento de 362 cm³/3 min = 121 cm³/min. A densidade do polietileno a 180° C é 0,756 g/cm³. A densidade da decalina a 180° C é 0,744 g/cm³. A densidade de uma mistura de 20% por peso de polietileno em decalina a 180° C foi portanto 0,746 g/cm³ e a taxa de rendimento do polietileno foi de 0,746 g/cm³ × 121 cm³/min × 0,20 g PE/g de solvente = 18,0 g PE/min. A taxa de rendimento da UHMW PO (polietileno) foi portanto menor que a quantidade 2,5 D² = 2,5 × (3)² = 22,5. O extrudado não foi processado adicionalmente.

Os dados deste exemplo comparativo encontram-se sumariados na Tabela I abaixo.

Exemplos Comparativos 2a e 2b

Algumas soluções de decalina de UHMW PO's (polietilenos lineares com uma viscosidade intrínseca de alternativamente 15,5 dl/g ou 18 dl/g) e com concentrações de alternativamente 3% por peso ou 5% por peso foram preparadas na extrusora de rosca dupla descrita no Exemplo Comparativo 1. O tempo mínimo de residência na extrusora em qualquer um dos experimentos foi de 1,7 minutos. As misturas que saíram da extrusora passaram através de uma bomba de engrenagens e subseqüentemente através de uma abertura de fiação de 1 mm de diâmetro. O filamento de solução foi esfriado com água para formação de um filamento

de gel. O filamento de gel foi extraído com diclorometano para remoção da decalina com subsequente estiramento a 120° C.

O rendimento máximo de UHMW PO foi de 3,81 g/min em qualquer experimento a uma concentração de UHMW PO de 3% por peso e foi de 6,35 g/min em qualquer experimento a uma concentração de UHMW PO de 5% por peso. A taxa de rendimento máxima de UHMW PO em gramas/min em todos os experimentos foi portanto menor que a quantidade $2,5 D^2 = 2,5 \times (3)^2 = 22,5$.

As resistências de tração dos filamentos individuais obtidos tinham um valor médio de 2,5 GPa (25,8 cN/dtex) a uma concentração de 3% por peso e um valor médio de 2,0 GPa (20,6 cN/dtex) a uma concentração de UHMW PO de 5% por peso. A resistência de tração de filamento individual máxima que foi obtida foi de 3,2 GPa (33 cN/dtex) a uma concentração de UHMW PO de 3% por peso (Exemplo Comparativo 2a) e 2,9 GPa (29,9 cN/dtex) a uma concentração de UHMW PO de 5% por peso (Exemplo Comparativo 2b).

Os dados destes exemplos comparativos encontram-se sumariados na Tabela I abaixo.

Exemplo 1

Foi preparada uma pasta em um tanque de mistura com agitação à temperatura ambiente consistindo em 10% por peso de uma UHMW PO e 90% por peso de óleo mineral branco. A UHMW PO era um polietileno linear com uma viscosidade

intrínseca de 25 dl/g em decalina a 135° C. O polietileno linear tinha menos de cerca de 0,5 substituintes por 1000 átomos de carbono, e um ponto de fusão de 138° C. O óleo mineral branco era HYDROBRITE® 550 PO, um óleo de baixa volatilidade da empresa Crompton Corporation, consistindo em cerca de 70% de carbono parafínico e cerca de 30% de carbono naftênico.

A pasta foi alimentada continuamente para a tremonha de alimentação de uma extrusora de rosca dupla com encaixe de roscas possuindo um diâmetro de rosca de 40 mm (4 cm). Os elementos de rosca eram todos elementos de transporte de avanço. O volume livre nesta extrusora (volume interno menos volume de rosca) era de 1400 cm³. A temperatura do tanque da extrusora era de 260° C. A velocidade de rotação de rosca era de 300 RPM. A pasta de UHMW PO/óleo mineral foi convertida em uma mistura líquida a 260° C na passagem através da extrusora com um tempo médio de residência de 2,3 minutos. O tempo médio de residência na extrusora neste exemplo da invenção foi portanto menor que a quantidade $0,6 D = 0,6 \times 4 = 2,4$ min. em que D é o diâmetro de rosca da extrusora em centímetros.

A taxa de rendimento da pasta foi de 423,6 g/min e a taxa de rendimento da UHMW PO foi de 42,36 gramas/min. A taxa de rendimento da UHMW PO em gramas/min excedeu portanto a quantidade $2,5 D^2 = 2,5 \times (4)^2 = 40$ neste exemplo da invenção.

A mistura líquida que saiu da extrusora passou

através de uma bomba de engrenagens e dali através de um vaso consistindo em um tubo com aquecimento externo a uma temperatura de 273°C , com uma extensão de 46,5 pés (14,17 metros), com um volume interno de $29,212\text{ cm}^3$ e com várias curvas e alterações de diâmetro. Espaçados a intervalos no interior do tubo encontravam-se sete misturadores estáticos possuindo razões de comprimento/diâmetro de 8. A mistura líquida foi convertida em uma solução na passagem através do vaso com um tempo médio de residência de 46,7 minutos.

A solução de UHMW PO que saiu do vaso tubular foi feita passar através de uma bomba de engrenagens e em seguida através de um bloco de fiação e uma fiandeira com orifícios de 0,035 polegada (0,889 mm) de diâmetro para formar um fio de solução de 240 filamentos. O fio de solução foi esticado na razão de 7,82:1 na passagem através de um espaço de folga aéreo para um banho de água onde foi esfriado para formar um fio de gel. O fio de gel foi estirado na razão de 3:1 à temperatura ambiente.

O óleo mineral foi extraído do fio de gel mediante passagem em contracorrente em uma corrente de triclorotrifluoroetano sendo subsequenteemente secado. Ocorreu algum estiramento do fio durante a extração e a secagem. O fio seco foi estirado na razão de 6:1 a 150°C . O fio de UHMW PO estirado de acordo com a invenção tinha um valor de resistência de tração na quebra de 354 denier (393 dtex) e uma tenacidade de 41,1 g/d (36,3 cN/dtex).

Os dados deste exemplo encontram-se sumariados na

Tabela I abaixo.

Exemplo 2

Uma pasta de 10% por peso dos mesmos UHMW PO e óleo mineral utilizados no Exemplo 1 foi preparada em um tanque de mistura e foi alimentada para a mesma extrusora descrita no Exemplo 1. A temperatura do tanque da extrusora era de 280° C. A velocidade de rotação de rosca era de 180 RPM. A pasta de UHMW PO/óleo mineral foi convertida em uma mistura líquida a 280° C na passagem através da extrusora com um tempo médio de residência de 2,1 minutos. O tempo médio de residência na extrusora foi portanto menor que a quantidade $0,6 D = 0,6 \times 4 = 2,4$ min. em que D é o diâmetro de rosca da extrusora em centímetros.

A taxa de rendimento da pasta foi de 454 g/min e a taxa de rendimento da UHMW PO foi de 45,4 gramas/min. A taxa de rendimento da UHMW PO em gramas/min excedeu portanto a quantidade $2,5 D^2 = 2,5 \times (4)^2 = 40$ neste exemplo da invenção.

A mistura líquida que saiu da extrusora passou através de uma bomba de engrenagens e dali através de um vaso consistindo em um tubo com aquecimento externo a uma temperatura de 290° C, com uma extensão de 31,6 pés (9,63 metros), com um volume interno de 17,026 cm³ e com várias curvas e alterações de diâmetro. Espaçados a intervalos no interior do tubo encontravam-se três misturadores estáticos possuindo razões de comprimento/diâmetro de 8. O tempo médio de residência do líquido/solução neste vaso tubular

foi de 24,9 minutos neste exemplo da invenção. A mistura líquida foi convertida em uma solução na passagem através do vaso.

A solução de UHMW PO que saiu do vaso tubular foi
5 feita passar através de uma bomba de engrenagens e em seguida através de um bloco de fiação e uma fiandeira com orifícios de 0,040 polegada (1,016 mm) de diâmetro para formar um fio de solução de 118 filamentos. O fio de solução foi esticado na razão de 3,16:1 na passagem através
10 de um espaço de folga aéreo para um banho de água onde foi esfriado. O fio de gel formado foi estirado na razão de 3:16 à temperatura ambiente. O fio de gel foi feito passar em contracorrente em uma corrente de triclorotrifluoroetano para extração do óleo mineral e foi subsequente-
15 submetido a secagem. O fio seco foi estirado na razão de 1,7:1 em um intervalo de temperatura entre 133° C e 139° C e foi então estirado na razão de 5,1:1 a 150° C. O fio de UHMW PO estirado de acordo com a invenção tinha um valor de resistência de tração na quebra de 497 denier (552 dtex) e
20 uma tenacidade de 46,6 g/d (41,1 cN/dtex).

Os dados deste exemplo encontram-se sumariados na Tabela I abaixo.

Exemplo 3

Uma pasta de 20% por peso de uma UHMW PO
25 (polietileno linear com uma viscosidade intrínseca em decalina a 135° C de 18,3 dl/g, um ponto de fusão de 138° C e menos de 0,5 substituintes por 1000 átomos de carbono)

foi preparada em óleo mineral branco (550 PO da empresa Crompton Corporation) em um tanque de mistura e foi mantida a uma temperatura de 90° C durante a noite. A pasta foi continuamente alimentada em doses para a tremonha de
5 alimentação da mesma extrusora descrita no Exemplo 1 a uma taxa de 810 g/min. A temperatura do tanque da extrusora era de 280° C e sua velocidade de rotação era de 300 RPM. Uma corrente do mesmo óleo mineral branco pré-aquecida para uma temperatura de 280° C foi alimentada por doses para a
10 extrusora na quinta seção do tanque a partir da extremidade de alimentação da extrusora a uma taxa de 270 g/min. As taxas de alimentação relativas da pasta de UHMW PO e do óleo mineral pré-aquecido proporcionaram a formação de uma mistura líquida de 15% por peso de UHMW PO na extrusora.

15 A taxa de rendimento da mistura líquida foi de 1080 g/min e a taxa de rendimento da UHMW PO foi de 162 gramas/min. A taxa de rendimento da UHMW PO em gramas/min excedeu portanto a quantidade $10 D^2 = 10 \times (4)^2 = 160$ neste exemplo da invenção. O tempo médio de residência da mistura
20 líquida na extrusora foi de 0,9 minutos.

A mistura líquida que saiu da extrusora passou através de uma bomba de engrenagens e dali através de um vaso consistindo em um tubo com aquecimento externo a uma temperatura de 280° C, com um volume interno de 9072 cm³.
25 No interior do tubo encontravam-se dois misturadores estáticos possuindo razões de comprimento/diâmetro de 8. O tempo de residência de líquido/solução neste vaso tubular

foi de 5,7 minutos neste exemplo da invenção. A mistura líquida foi convertida em uma solução na passagem através do vaso.

A solução de UHMW PO que saiu do vaso tubular foi feita passar através de uma bomba de engrenagens e em seguida através de um bloco de fiação e uma fiandeira com orifícios de 0,040 polegada (1,016 mm) de diâmetro para formar um fio de solução de 360 filamentos. O fio de solução foi esticado na razão de 3,07:1 na passagem através de um espaço de folga aéreo para um banho de água onde foi esfriado. O fio de gel formado foi estirado na razão de 4,75:1 à temperatura ambiente. O fio de gel foi feito passar em contracorrente em uma corrente de triclorotrifluoroetano para extração do óleo mineral e foi submetido a secagem. O fio foi estirado na razão de 1,37:1 na etapa de extração e 1,07:1 no secador. O fio seco foi estirado em uma razão de 3,58:1 a 150° C. O fio de UHMW PO estirado de acordo com a invenção tinha um valor de resistência de tração na quebra de 712 denier (791 dtex) e uma tenacidade de 27,2 g/d (24,0 cN/dtex).

Os dados deste exemplo encontram-se sumariados na Tabela I abaixo.

Exemplo 4

Uma pasta de 10% por peso dos mesmos UHMW PO e óleo mineral utilizados no Exemplo 1 foi preparada em um tanque de mistura e foi alimentada para a mesma extrusora descrita no Exemplo 1. A temperatura do tanque da extrusora era de

280° C. A velocidade de rotação de rosca era de 350 RPM. A pasta de UHMW PO/óleo mineral foi convertida em uma mistura líquida na passagem através da extrusora. A taxa de rendimento da pasta foi de 681 g/min e a taxa de rendimento da UHMW PO foi de 68,1 gramas/min. A taxa de rendimento da UHMW PO em gramas/min excedeu portanto a quantidade $4 D^2 = 4 \times (4)^2 = 64$ neste exemplo da invenção. O tempo médio de residência da mistura líquida na extrusora foi de 1,4 minutos.

10 A mistura líquida que saiu da extrusora passou para o interior de um vaso consistindo em um tubo com aquecimento externo a uma temperatura de 280° C, com uma extensão de 31,6 pés (9,63 metros), com um volume interno de 17,026 cm³ e com várias curvas e alterações de diâmetro. 15 No interior do tubo encontravam-se dois misturadores estáticos possuindo razões de comprimento/diâmetro de 8. O tempo médio de residência do líquido/solução neste vaso tubular foi de 16,8 minutos neste exemplo da invenção. A mistura líquida foi convertida em uma solução na passagem 20 através do vaso.

A solução de UHMW PO que saiu do vaso tubular foi feita passar através de uma bomba de engrenagens e em seguida através de um bloco de fiação e uma fiandeira com orifícios de 0,040 polegada (1,016 mm) de diâmetro para 25 formar um fio de solução de 118 filamentos. O fio de solução foi esticado na razão de 4:1 na passagem através de um espaço de folga aéreo para um banho de água onde foi

esfriado. O fio de gel formado foi estirado na razão de 2,5:1 à temperatura ambiente. O fio de gel foi feito passar em contracorrente em uma corrente de triclorotrifluoroetano para extração do óleo mineral e foi subseqüentemente submetido a secagem. Ocorreu algum estiramento do fio durante a extração e a secagem. O fio seco foi estirado na razão de 5,79:1 a 150° C. O fio de UHMW PO estirado de acordo com a invenção tinha um valor de resistência de tração na quebra de 608 denier (676 dtex) e uma tenacidade de 41,8 g/d (36,9 cN/dtex).

Os dados deste exemplo encontram-se sumariados na Tabela I abaixo.

Exemplo 5

Uma pasta de 12% por peso dos mesmos UHMW PO e óleo mineral utilizados no Exemplo 1 foi preparada em um tanque de mistura e foi alimentada para a mesma extrusora descrita no Exemplo 1. A temperatura do tanque da extrusora era de 280° C. A velocidade de rotação de rosca era de 200 RPM. A pasta de UHMW PO/óleo mineral foi convertida em uma mistura líquida na passagem através da extrusora. A taxa de rendimento da pasta foi de 665 g/min e a taxa de rendimento da UHMW PO foi de 90,8 gramas/min. A taxa de rendimento da UHMW PO em gramas/min excedeu portanto a quantidade $4 D^2 = 4 \times (4)^2 = 64$ neste exemplo da invenção. O tempo médio de residência da mistura líquida na extrusora foi de 1,4 minutos.

A mistura líquida que saiu da extrusora passou para

o interior de um vaso consistindo em um tubo com aquecimento externo a uma temperatura de 280°C , com uma extensão de 31,6 pés (9,63 metros), com um volume interno de $17,026\text{ cm}^3$ e com várias curvas e alterações de diâmetro.

5 No interior do tubo encontravam-se três misturadores estáticos possuindo razões de comprimento/diâmetro de 8. O tempo médio de residência do líquido/solução neste vaso tubular foi de 16,7 minutos neste exemplo da invenção. A mistura líquida foi convertida em uma solução na passagem
10 através do vaso.

A solução de UHMW PO que saiu do vaso tubular foi feita passar através de uma bomba de engrenagens e em seguida através de um bloco de fiação e uma fiandeira com orifícios de 0,040 polegada (1,016 mm) de diâmetro para
15 formar um fio de solução de 118 filamentos. O fio de solução foi esticado na razão de 4:1 na passagem através de um espaço de folga aéreo para um banho de água onde foi esfriado. O fio de gel formado foi estirado na razão de 2,5:1 à temperatura ambiente. O fio de gel foi feito passar
20 em contracorrente em uma corrente de triclorotrifluoroetano para extração do óleo mineral e foi subsequenteemente submetido a secagem. Ocorreu algum estiramento do fio durante a extração e a secagem. O fio seco foi estirado na razão de 5,51:1 a 150°C . O fio de UHMW PO estirado de
25 acordo com a invenção tinha um valor de resistência de tração na quebra de 646 denier (718 dtex) e uma tenacidade de 37,2 g/d (32,8 cN/dtex).

Os dados deste exemplo encontram-se sumariados na Tabela I abaixo.

Exemplo 6

Foi preparada uma pasta de 10% por peso da mesma UHMW PO utilizada no Exemplo 1 no mesmo óleo mineral branco. A pasta foi alimentada continuamente para a tremonha de alimentação de uma extrusora de rosca dupla do tipo de encaixe possuindo um diâmetro de rosca de 58 mm (5,8 cm). Os elementos de rosca eram todos elementos de transporte de avanço. O volume livre nesta extrusora (volume interno menos volume de rosca) era de 6476 cm³. A temperatura do tanque da extrusora era de 260° C. A velocidade de rotação de rosca era de 300 RPM. A pasta de UHMW PO/óleo mineral foi convertida em uma mistura líquida na passagem através da extrusora. A taxa de rendimento da pasta foi de 5319 g/min e a taxa de rendimento da UHMW PO foi de 531,9 gramas/min. A taxa de rendimento da UHMW PO em gramas/min excedeu portanto a quantidade $3 D^2 = 10 \times (5,8)^2 = 336$ neste exemplo da invenção. O tempo médio de residência da mistura líquida na extrusora foi de 0,8 minutos. A mistura líquida que saiu da extrusora foi feita passar por uma bomba de engrenagens.

A mistura líquida foi então feita passar através de um vaso consistindo em um tubo com aquecimento externo a uma temperatura de 290° C, com uma extensão de 75 pés (22,86 metros), com um volume interno de 60.000 cm³ e com várias curvas e alterações de diâmetro. A intervalos no

interior deste tubo encontravam-se nove misturadores estáticos possuindo razões de comprimento/diâmetro de 8. O tempo médio de residência do líquido/solução neste vaso tubular foi projetado para ser de 7,8 minutos. A mistura líquida foi convertida em uma solução na passagem através do vaso.

A solução de UHMW PO que saiu do vaso tubular foi feita passar através de blocos, bombas de fiação e fiandeiras para formar seis fios de solução com 240 filamentos cada um. Os fios de solução foram esticados na passagem através de um espaço de folga aéreo para um banho de água onde foram esfriados. Os fios de gel formados foram estirados à temperatura ambiente, foram extraídos para remoção do óleo mineral e foram submetidos a secagem. Os fios secos foram estirados a 150° C. Acredita-se que os fios esticados tenham uma tenacidade de pelo menos 30 g/d (24,5 cN/dtex).

Os dados deste exemplo encontram-se sumariados na Tabela I abaixo.

Poderá ser observado que o rendimento de UHMW PO em gramas/min excedeu a quantidade de 2,5 D² em cada exemplo da invenção. Deverá ser igualmente observado que o tempo médio de residência na extrusora, em minutos, foi inferior à quantidade 0,6 D em cada exemplo da invenção, e que o tempo médio de residência no vaso excedeu 2 minutos. Finalmente, deverá ser observado que os fios de múltiplos filamentos de acordo com a invenção tinham geralmente tenacidades superiores às tenacidades dos filamentos

individuais da técnica anterior, sugerindo uma qualidade aperfeiçoada de solução apesar de as fibras de acordo com a invenção terem sido fiadas em concentrações muito mais elevadas.

- 5 Tendo assim descrito a invenção de forma bastante detalhada, deverá ser entendido que não é necessário aderir estritamente a tais detalhes, e que mudanças e modificações adicionais poderão ser concebidas por pessoas versadas na técnica, sem afastamento do escopo da invenção conforme
- 10 definida pelas reivindicações que se encontram em anexo.

TABELA I

SUMÁRIO DE DADOS

| Ex. | Conc. de UHMW PO, em % por peso | D, Diâmetro de Rosca de Extrusora, cm | Tempo Médio de Residência, min | | Tempo de Residência na Extrusora/ D, min/cm | W, Rendimento de UHMW PO, g/min | W/D2, g/min -cm2 | Tenacidade de Fibra/Fio, cN/dtex |
|----------------------|---------------------------------|---------------------------------------|--------------------------------|--------|---|---------------------------------|------------------|----------------------------------|
| | | | Extrusora | Vaso | | | | |
| Comp. 1 | 20 | 3 | 3,0 | nenhum | 1,00 | 18,0 | 2,00 | n.d. |
| Comp. 2 ^a | 3 | 3 | 2,1 | nenhum | 0,70 | 3,81 | 0,42 | 33 (melhor) |
| Comp. 2b | 5 | 3 | 12,0 | nenhum | 4,00 | 6,35 | 0,70 | 29,9 (melhor) |
| 1 | 10 | 4 | 2,3 | 46,7 | 0,58 | 42,36 | 2,65 | 36,3 |
| 2 | 10 | 4 | 2,1 | 24,9 | 0,52 | 45,4 | 2,84 | 41,1 |
| 3 | 15 | 4 | 0,9 | 5,7 | 0,22 | 162 | 10,13 | 24,0 |
| 4 | 10 | 4 | 1,4 | 16,8 | 0,35 | 68,1 | 4,26 | 36,9 |
| 5 | 12 | 4 | 1,4 | 16,7 | 0,35 | 90,8 | 5,68 | 32,8 |
| | 10 | 5,8 | 0,8 | 7,8 * | 0,14 | 531,9 | 15,81 | n.d. |

n.d. - não disponível

* projetado

- REIVINDICAÇÕES -

1. PROCESSO PARA PREPARAÇÃO CONTÍNUA DE SOLUÇÕES,
as soluções compreendendo até 50% por peso de uma
poli(alfa-olefina) de alto peso molecular possuindo uma
5 viscosidade intrínseca de 5 até 45 dl/g medida em decalina
a 135° C, caracterizado por compreender as etapas de:

a) formação de uma pasta de partículas de
poli(alfa-olefina) de alto peso molecular em
um solvente para a poli(alfa-olefina) de alto
10 peso molecular a uma primeira temperatura
inferior à temperatura em que as partículas
de poli(alfa-olefina) de alto peso molecular
se irão dissolver no solvente;

b) processamento da referida pasta através de
15 uma extrusora operando de tal forma que uma
mistura do referido solvente e da referida
poli(alfa-olefina) de alto peso molecular é
formada a uma segunda temperatura acima da
temperatura de fusão da referida poli(alfa-
20 olefina) de alto peso molecular, e em que a
taxa de rendimento da poli(alfa-olefina) de
alto peso molecular na mistura é pelo menos a
quantidade $2,5 D^2$ ($2,5 \times D \times D$) gramas por
minuto em que D representa o diâmetro de
25 rosca da referida extrusora em centímetros;

c) opcionalmente, descarga da referida mistura

da referida extrusora através de uma bomba de deslocamento positivo; e

5 d) passagem da referida mistura através de um vaso aquecido a uma temperatura superior à temperatura de fusão da referida poli(alfa-olefina) de alto peso molecular no referido solvente, com o referido vaso aquecido tendo um volume tal que o tempo médio de residência da mistura no referido vaso é de 2 até 120 minutos, sendo assim formada uma solução da referida poli(alfa-olefina) de alto peso molecular.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a referida pasta ser mantida a uma temperatura abaixo da temperatura em que a poli(alfa-olefina) de alto peso molecular se dissolve no solvente e durante um tempo suficiente para as partículas de poli(alfa-olefina) de alto peso molecular absorverem pelo menos 5% por peso do solvente anteriormente ao processamento da referida pasta através de uma extrusora.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a referida extrusora ser uma extrusora de rosca dupla co-rotativa do tipo de contato de encaixe, e por os elementos de rosca da referida extrusora serem elementos de transporte de avanço.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 1,

caracterizado por o referido vaso aquecido ser um tubo contendo um ou mais misturadores estáticos.

5 5. PROCESSO PARA PREPARAÇÃO CONTÍNUA DE ARTIGOS, moldados a partir de pastas de poli(alfa-olefina) de alto peso molecular de peso molecular ultra-alto, caracterizado por compreender:

passagem da solução conforme formada na Reivindicação 1 para fora do referido vaso através de uma bomba de deslocamento positivo e através de um orifício de 10 conformação, com a referida solução encontrando-se a uma temperatura inferior ao ponto de ebulição em ambiente atmosférico do referido solvente para formação de um artigo moldado de solução;

15 opcionalmente, estiramento do artigo moldado de solução;

esfriamento do artigo de solução para formação de um artigo moldado de gel;

opcionalmente, estiramento do artigo moldado de gel;

20 remoção substancial do solvente do referido artigo moldado de gel para formação de um artigo moldado sólido; e

opcionalmente, estiramento do artigo moldado sólido em uma ou mais etapas a temperaturas de 25° C até 165° C.

25 6. Processo, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por a referida pasta ser mantida a uma temperatura inferior à temperatura em que a poli(alfa-

olefina) de alto peso molecular se dissolverá no solvente e por um tempo suficiente para que as partículas de poli(alfa-olefina) de alto peso molecular absorvam pelo menos 5% por peso do solvente anteriormente ao
5 processamento da referida pasta através de uma extrusora.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por a referida extrusora ser uma extrusora de rosca dupla co-rotativa do tipo de contato de encaixe, e por os elementos de rosca da referida extrusora serem
10 elementos de transporte de avanço.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por o referido artigo moldado sólido ser uma fibra, uma fita, um filme, uma folha ou um tubo.