



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

(11) PI 0517709-0 B1

(22) Data do Depósito: 01/11/2005

(45) Data de Concessão: 31/01/2017



* B R P I 0 5 1 7 7 0 9 B 1 *

(54) Título: MÉTODO DE FORMAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO POLIMÉRICA DERRETIDA, MÉTODO DE FORMAÇÃO DE UM FIO MULTIFILAMENTAR A PARTIR DA FORMAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO POLIMÉRICA DERRETIDA, FIO MULTIFILAMENTAR E MATERIAL DE REFORÇO

(51) Int.Cl.: D01D 5/088; D01D 5/26; D01F 1/10; D01F 6/04; D02G 3/02; D02J 1/22

(30) Prioridade Unionista: 05/11/2004 US 10/983,153

(73) Titular(es): INNEGRITY, LLC

(72) Inventor(es): BRIAN G. MORIN

MÉTODO DE FORMAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO POLIMÉRICA DERRETIDA,
MÉTODO DE FORMAÇÃO DE UM FIO MULTIFILAMENTAR A PARTIR DA
FORMAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO POLIMÉRICA DERRETIDA, FIO
MULTIFILAMENTAR E MATERIAL DE REFORÇO

5

Sumário da Invenção

Um método (10) para formar um fio multifilamentar de poliolefina (30), que pode incluir as etapas de: suprir uma poliolefina e um agente de nucleação à entrada (13) de um extrusor (12) tendo um distribuidor de mistura (11);
10 extrusar filamentos (9) através de fiandeiras (14) em um banho de resfriamento (16); coletar os filamentos com rolos de recolha (18, 20) para formar um feixe de fibras (28); passar o feixe de fibras (28) através do espaçamento entre rolos (23,24,25,26) para um aplicador de acabamento (22),
15 passar o feixe de fibras através de um forno (43) e estirar com rolos de laminação (32,34) para formar um fio multifilamentar (30) e enrolar o fio multifilamentar sobre um rolo de coleta (40).

de realização, a poliolefina pode ter um índice de fluxo em fusão entre cerca de 0,2 e cerca de 50.

Em um modo de realização, o polipropileno pode conter um agente de nucleação. Por exemplo, o agente de nucleação pode ser um agente de nucleação de dibenzilideno sorbitol como é geralmente conhecido na técnica. Geralmente, o agente de nucleação pode estar presente na fusão em uma quantidade menor do que cerca de 1%, em peso, da composição extrusada, embora isto não seja uma exigência da invenção.

O extrusor pode, geralmente, ser qualquer extrusor multi-orifício padrão. Por exemplo, o extrusor pode definir múltiplos orifícios, e cada orifício pode ter uma dimensão máxima de seção transversal entre cerca de 0,002 e cerca de 0,127cm.

A fusão pode ser extrusada de modo razoavelmente lento, por exemplo, entre cerca de 1m/min e cerca de 25m/min em banho líquido de resfriamento. Opcionalmente, o banho pode ser aquecido, como a uma temperatura entre cerca de 50°C e cerca de 130°C. Em um modo de realização, por exemplo, dentro da distância da dilatação de matriz dos filamentos. Em outro modo de realização, a área imediatamente a jusante do orifício pode ser protegida por uma cortina de gás aquecida ou não-aquecida.

A etapa de estiramento a quente pode ser executada em um forno, utilizando rolos de laminação aquecidos, ou de acordo com qualquer outro método de aquecimento adequado. Geralmente, a etapa de estiramento a quente pode ser executada a uma temperatura entre cerca de 80°C e cerca de 170°C. Por exemplo, o forno ou os rolos de laminação podem ser aquecidos até a temperatura desejada. A etapa de estiramento a quente também pode ser executada por um período bem curto de tempo.

Outros processos também podem ser executados na formação de fio multifilamentar ilustrado, como um ou mais dos seguintes: aplicação de um lubrificante, um segundo estiramento, ou cura a quente do fio.

Em outro modo de realização, a invenção refere-se a fio que pode ser formado de acordo com os processos revelados. Por exemplo, o fio pode incluir múltiplos filamentos que podem, cada um, descrever um denier menor do que cerca de 300, em um modo de realização, cada filamento pode ter um denier entre cerca de 0,5 e cerca de 100. O fio pode ter um alto módulo, por exemplo, maior do que 40g/d. Em outro modo de realização, o fio pode ter um módulo maior do que 100g/d, ou maior do que 150g/d em alguns modos de realização. Os fios descritos podem ter uma alta tenacidade, por exemplo, maior do que cerca de 5g/d em alguns modos de realização, e maior do que cerca de 7g/d em outros modos de realização. Os fios descritos também podem ser razoavelmente resistentes a estiramento, por exemplo, o fio pode apresentar um alongamento menor do que cerca de 10%.

O fio descrito é também acreditado como tendo uma estrutura cristalina que é exclusiva para fios de poliolefina multifilamentar. Por exemplo, pelo menos um dos filamentos no fio pode ter cristalinidade maior do que 80%, de acordo com técnicas de medição de dispersão de raios-x de grande angular (WAXS). Em um modo de realização, pelo menos um dos filamentos no fio pode ter uma relação de intensidade equatorial com intensidade meridional maior do que cerca de 1,0. que pode ser obtida por conhecidas técnicas de medição de dispersão de raios-x de pequena angular (SAXS). Em outro modo de realização, a relação de intensidade equatorial com intensidade meridional pode ser maior do que cerca de 3,0.

Em um modo de realização, a invenção refere-se a produtos secundários que podem ser formados e podem incluir os fios descritos. Por exemplo, o fio descrito pode ser benéficamente utilizado na formação de cordas, panos tecidos, e panos não-tecidos.

Em um modo de realização, o fio descrito pode ser utilizado em materiais de reforço, por exemplo, materiais de reforço para uso no reforço de uma composição de cimento hidratável. Por exemplo, um fio

formado de acordo com os processos descritos podem ser cortados em peças menores, geralmente menores do que cerca de 12,7cm, para formar um material de reforço. Em um modo de realização, o fio pode ser cortado em peças menores do que 7,62cm em comprimento. Em outro modo de realização, ele pode ser cortado em peças menores do que cerca de 2,54cm em comprimento. Opcionalmente, os materiais de reforço podem ser degradados e/ou deformados em adição a ser cortado em peças menores.

Breve Descrição das Figuras

Uma ilustração completa e compreensiva da presente invenção incluindo o seu melhor modo, para alguém experiente na técnica, é apresentada mais particularmente no restante do relatório, incluindo referência às figuras anexas, nas quais:

a Fig. 1 ilustra um modo de realização de um processo de acordo com a presente invenção;

a Fig. 2 ilustra a dilatação de matriz de um único filamento formado de acordo com um modo de realização da presente invenção;

a Fig. 3 é o padrão de dispersão WAXS de um filamento de polipropileno tracionado de um fio multifilamentar formado de acordo com um modo de realização dos processos presentemente revelados; e

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

O uso repetido de caracteres de referência no presente relatório e desenhos destina-se a representar as mesmas ou análogas características ou elementos da presente invenção.

Descrição Detalhada da Invenção

Será feita referência agora em detalhe aos vários modos de realização da invenção, um ou mais exemplos dos quais são apresentados abaixo. Cada modo de realização é provido a título de explicação da invenção, não de limitação da invenção. De fato, ficará visível para aqueles experientes

na técnica que várias modificações e variações podem ser feitas na presente invenção sem se afastar do escopo ou espírito da invenção. Por exemplo, as características ilustradas ou descritas como parte de um modo de realização, podem ser usadas em um outro modo de realização para produzir um modo de realização adicional. Desse modo, é pretendido que a presente invenção cubra essas modificações e variações como vêm dentro do escopo das reivindicações anexas e seus equivalentes.

Em geral, a presente invenção é direcionada a fios de poliolefina multifilamentares e métodos adequados para formar os fios de poliolefina multifilamentares. Beneficamente, os métodos revelados podem ser utilizados para formar fios multifilamentares de poliolefina que podem exibir pelo menos um módulo mais alto ou tenacidade mais alta comparados a fios multifilamentares de poliolefina conhecidos anteriormente.

Os métodos da invenção revelada são geralmente direcionados a um processo de formação de fio fiado em fusão. Mais particularmente, o processo utilizado na formação dos fios revelados pode incluir formar uma composição fundida incluindo uma poliolefina, extrusar múltiplos (ou seja, pelo menos três) filamentos individuais da composição a uma taxa de fiação relativamente baixa, resfriar bruscamente os filamentos em um líquido, formar uma estrutura de fio dos múltiplos filamentos individuais e estirar mecanicamente a estrutura de fio enquanto a estrutura é aquecida.

Em um outro modo de realização particular, a poliolefina utilizada na formação dos fios revelados pode ser um polipropileno. Isso não é uma exigência da presente invenção, entretanto, e, embora o exame a seguir seja geralmente direcionado para o polipropileno, deve ser entendido que outras poliolefinas podem, opcionalmente, ser utilizadas na invenção. Por exemplo, em um modo de realização, a invenção revelada pode ser direcionada para a formação de fio multifilamentar de polietileno ou polibutileno.

Em adição, e para fins dessa revelação, o termo polipropileno é pretendido para incluir qualquer composição polimérica compreendendo monômeros de propileno, igualmente sozinhos (ou seja, homopolímeros) ou em mistura ou copolímero com outras poliolefinas, dienos, ou outros monômeros (como etileno, butileno, e o equivalente). O termo também é pretendido para englobar qualquer configuração e arranjo diferente dos monômeros constituintes (como sindiotático, isotático, e o equivalente). Desse modo, o termo aplicado a fibras é pretendido para englobar verdadeiros filamentos longos, fitas, linhas, e o equivalente, do polímero estirado.

Para o propósito desta revelação, os termos fibra e fio são pretendidos para englobar estruturas que exibem um comprimento que excede de longe sua dimensão em seção transversal mais larga (como, por exemplo, o diâmetro para fibras arredondadas). Desse modo, o termo fibra como utilizado aqui difere das estruturas como placas, recipientes, chapas, e o equivalente, que são moldadas a sopro ou moldadas por injeção. Além do mais, o termo fio é pretendido para englobar uma estrutura que inclua pelo menos três filamentos que tenham sido formados individualmente como, por exemplo, via extrusão através de uma fiandeira, antes de serem colocados uns próximos aos outros para formar uma estrutura de fio unitária.

Um modo de realização do processo presentemente revelado geralmente 10 é esquematicamente ilustrado na Fig. 1. De acordo com o modo de realização ilustrado, uma composição polimérica pode ser provida a um aparelho extrusor 12. Por exemplo, em um modo de realização, a composição polimérica pode incluir polipropileno.

Geralmente, qualquer polipropileno adequado para formar o fio estirado pode ser utilizado no processo revelado. Por exemplo, o polipropileno adequado para a presente invenção pode ser geralmente de qualquer fluxo de massa em fusão padrão. Por exemplo, em um modo de realização, a resina de polipropileno de grau de extrusão padrão que possui

variações dos índices de fluxo de massa em fusão (MFI) entre cerca de 0,2 a cerca de 50 pode ser utilizada na formação dos fios multifilamentares revelados. Em um modo de realização, o polipropileno que possui um MFI entre cerca de 0,5 e cerca de 25 pode ser utilizado. Em um modo de
5 realização, o polipropileno utilizado na formação do fio multifilamentar pode ter um MFI entre cerca de 1 e cerca de 15.

Em um modo de realização, a composição polimérica provida ao aparelho extrusor 12 pode incluir polipropileno e um agente de nucleação. De acordo com esse modo de realização, o agente de nucleação pode ser
10 geralmente qualquer material que proveja locais de nucleação para os cristais de polipropileno que podem se formar durante a transição do polipropileno do estado fundido para a estrutura sólida. Em um modo de realização, o agente de nucleação pode exibir alta solubilidade no polipropileno, embora isso não seja uma exigência da invenção. Uma lista não limitante de exemplos de
15 agentes de nucleação pode incluir, por exemplo, agentes de nucleação de dibenzilideno sorbitol, como são geralmente conhecidos na técnica, como dibenzilideno sorbitol (DBS), sorbitóis monometildibenzilideno como sorbitol 1,3:2,4-bis(p-metilbenzilideno) (p-MDBS), sorbitóis dimetil dibenzilideno como sorbitol 1,3:2,4-bis(3,4-dimetilbenzilideno) (3,4-DMDBS), e o
20 equivalente. Outros agentes de nucleação adequados podem incluir benzoato de sódio, sais de éster fosfato, como NA-11 e NA-21, desenvolvidos pela Asahi Denka do Japão, ou os agentes hiper-nucleantes desenvolvidos pela Milliken Chemical da Carolina do Sul como, por exemplo, o Hyperform® HPN-68L.

25 De acordo com o processo revelado, a composição polimérica, que pode, em um modo de realização, incluir polipropileno combinado um agente de nucleação, pode ser provida a um aparelho extrusor 12. Nesse modo de realização particular, o componente de polipropileno e o agente de nucleação podem ser providos ao aparelho extrusor 12 tanto separadamente

quanto juntos, como em uma entrada 13. Por exemplo, o polipropileno e um agente de nucleação podem ser providos ao extrusor 12 tanto separadamente quanto juntos na forma de líquido, pó, ou grão. Por exemplo, em um modo de realização, tanto o polipropileno quanto o agente de nucleação podem ser providos ao extrusor 12 em forma de grão na entrada 13. Em um outro modo de realização, o agente de nucleação pode ser provido ao aparelho extrusor 12 em uma forma líquida. Por exemplo, os agentes de nucleação em uma forma líquida como aqueles revelados na patente US 6.102.999, de Cobb, III, et al., que é incorporada aqui pela referência, podem ser utilizados no processo.

Quando incluído, o agente de nucleação pode estar presente geralmente na mistura a ser extrusada em uma quantidade menor do que cerca de 1% em peso da composição. Por exemplo, o agente de nucleação pode estar presente na mistura em uma menor do que cerca de 0,5% em peso. Em um modo de realização, o agente de nucleação pode estar presente na mistura em uma quantidade entre cerca de 0,01% em peso e cerca de 0,3% em peso. Em um outro modo de realização, o nucleante pode estar presente na mistura em uma quantidade entre cerca de 0,05% em peso e cerca de 0,25% em peso.

A mistura que inclui o polipropileno e, opcionalmente, o agente de nucleação também pode incluir vários outros aditivos como são geralmente conhecidos na técnica. Por exemplo, em um modo de realização, o fio multifilamentar revelado pode ser fio colorido e a mistura pode incluir agentes corantes adequados, como tinturas ou outros pigmentos. De acordo com esse modo de realização, pode ser preferível utilizar um agente de nucleação que não afetará a cor final do fio de componentes múltiplos, mas isso não é uma exigência da invenção e, em outros modos de realização, podem ser utilizados agentes de nucleação que realcem ou afetem de outro modo a cor do fio formado. Outros aditivos que podem ser combinados com a mistura podem incluir, por exemplo, um ou mais agentes antiestática, agentes antioxidantes, agentes antimicrobianos, agentes de adesão, estabilizadores,

plastificadores, compostos de polimento, agentes de clarificação, agentes de estabilização de luz ultravioleta, agentes ativos de superfície, agentes de realce ou prevenção de odores, agentes de dispersão de luz, lavadores de motor de halogênio, e o equivalente. Em adição., os aditivos podem ser
5 incluídos na fusão, ou, em alguns modos de realização, podem ser aplicados como um tratamento de superfície tanto para o feixe de fibra não estirado quanto, opcionalmente, para o fio estirado, como conhecido geralmente na técnica.

Em um modo de realização, o aparelho extrusor 12 pode ser
10 um aparelho de fiação em fusão como é geralmente conhecido na técnica. Por exemplo, o aparelho extrusor 12 pode incluir um distribuidor de mistura 11 no qual uma composição, incluindo uma ou mais poliolefinas e quaisquer outros aditivos desejados, pode ser misturada e aquecida para formar uma composição fundida. A formação da mistura fundida pode geralmente ser
15 realizada a uma temperatura que assegure a fusão de essencialmente todo o polipropileno. Por exemplo, em um modo de realização, a mistura pode ser misturada e fundida em um distribuidor 11 aquecido a uma temperatura entre cerca de 175°C e cerca de 325°C.

Opcionalmente, para ajudar a assegurar o estado fluídico da
20 mistura fundida, em um modo 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 de gabarito.

Seguindo a formação da mistura fundida, a mistura pode ser
25 transportada sob pressão para a fiandeira 14 do aparelho extrusor 12, onde ela pode ser extrusada através de múltiplos orifícios de fiandeira para formar múltiplos filamentos 9. Por exemplo, a fiandeira pode definir pelo menos três orifícios de fiandeira. Em um modo de realização, a fiandeira pode definir entre 4 e cerca de 100.000 orifícios de fiandeira individuais. Para os fins desta

revelação, os termos matriz de extrusão e fiandeira são usados aqui de modo intercambiável e pretendidos para significar a mesma coisa; o mesmo é verdade para os termos orifício de fiandeira, abertura de fiandeira, orifício de extrusor e abertura de extrusor. A fiandeira 14 pode geralmente ser aquecida a uma temperatura que pode permitir a extrusão do polímero fundido, enquanto impede o rompimento dos filamentos 9 durante a formação. Por exemplo, em um modo de realização, a fiandeira 14 pode ser aquecida a uma temperatura entre cerca de 175°C e cerca de 325°C. Em um modo de realização, a fiandeira 14 pode ser aquecida à mesma temperatura que o distribuidor de mistura 11. Isso não é uma exigência do processo, entretanto, e, em outros modos de realização, a fiandeira 14 pode ficar a uma temperatura diferente daquela do distribuidor de mistura 11.

Os orifícios de fiandeira através dos quais o polímero pode ser extrusado podem geralmente ser menores do que cerca de 2,54mm na distância em seção transversal máxima (por exemplo, o diâmetro no caso particular de um orifício circular). Por exemplo, em um modo de realização, os orifícios de fiandeira podem ficar entre cerca de 0,0508mm a cerca de 1,27mm na distância em seção transversal máxima.

De acordo com a presente invenção, o polímero pode ser extrusado através da fiandeira a uma produtividade relativamente alta. Por exemplo, o polímero pode ser extrusado através da fiandeira a uma produtividade de não menos do que cerca de 50% daquela exigida para dar fratura de fusão. Em outras palavras, a produtividade pode ser de pelo menos 50% da produtividade na qual a fusão exsudada pode se tornar excessivamente distorcida. A produtividade de fratura de fusão específica pode variar geralmente dependendo de um ou mais entre material extrusado, número total de aberturas na fiandeira, tamanho de abertura de fiandeira, bem como da temperatura de exsudado. Por exemplo, quando se considera a extrusão do polipropileno fundido através de uma fiandeira de 8 aberturas

redondas de 0,3048mm de diâmetro cada, a fratura de fusão pode ocorrer a uma velocidade de bomba entre cerca de 22 a cerca de 24 revoluções/minuto de uma bomba de fusão de 0,160cm³/rev, ou uma produtividade de cerca de cerca de 5,5-6,0g/min, quando se extrusa um homopolímero polipropileno de
5 fluxo de massa em fusão de 4 a uma temperatura de fiandeira de cerca de 230°C. Os valores de produtividade de fratura de fusão específicos para qualquer sistema e materiais particulares, bem como métodos de obtê-los são geralmente conhecidos por aqueles experientes na técnica, e, desse modo, um exame detalhado desse fenômeno não é incluído aqui.

10 Em adição à produtividade relativamente alta, os filamentos também podem ser formados a uma tração de linha em fusão relativamente baixa. A combinação de alta produtividade com tração de linha em fusão baixa pode permitir aos filamentos serem formados com uma relação de fluxo em fusão de tamanho de orifício para o tamanho de filamento estirado final
15 comparado a outros processos de formação de filamento múltiplo. Por exemplo, a razão da largura em seção transversal máxima de um orifício para a distância em seção transversal máxima de um único filamento completamente estirado extrusado através do orifício pode, em um modo de realização, estar entre cerca de 2 e cerca de 10. Em um modo de realização,
20 essa relação pode estar entre cerca de 3 e cerca de 8. Conseqüentemente, o material que forma cada filamento pode ficar em um estado desorganizado, razoavelmente relaxado, quando ele começa a esfriar e cristalizar.

Com referência novamente à Fig. 1, seguindo a extrusão do polímero, os filamentos não estirados 9 podem ser resfriados bruscamente em
25 um banho líquido 16 e coletados por um rolo de recolha 18 para formar uma estrutura de fibra multifilamentar ou feixe de fibras 28. Embora não desejando ficar preso a nenhuma teoria em particular, acredita-se que extrusando os filamentos a uma tração de linha em fusão relativamente baixa e alta produtividade combinada com o resfriamento brusco dos filamentos

poliméricos em um banho líquido, o processo presentemente revelado encoraja a formação dos cristais de cadeia dobrada em um estado altamente desordenado no polímero, o que, por sua vez, capacita uma alta relação de laminação a ser utilizada no processo e, por meio disso, capacita a formação de um fio multifilamentar tendo tenacidade e módulo altos.

Como é geralmente conhecido na técnica, os polímeros que são cristalizados a partir de uma fusão sob condições de temperatura e estresse dinâmicas se cristalizam com a taxa de cristalização dependendo tanto do número de locais de nucleação, bem como da taxa de crescimento do polímero. Além do mais, ambos os fatores estão, por sua vez, relacionados às condições a que o polímero é submetido quando ele é resfriado bruscamente. Em adição, os polímeros que se cristalizam quando em um estado altamente orientado tendem a ter tenacidade e módulo limitados, como evidenciado pelas razões de laminação possíveis para esses polímeros altamente orientados. Desse modo, a fim de obter um fio multifilamentar com tenacidade e módulo altos, ou seja, formado com uma alta relação de estiramento, é sugerida a cristalização do polímero enquanto em um estado altamente desordenado. Conseqüentemente, a presente invenção revela um processo de formação de fio multifilamentar no qual a cristalização do polímero em um estado altamente desordenado é promovida encorajando-se o filamento a maximizar seu relaxamento no estado desorientado desejado durante a cristalização por meio da formação do polímero a uma produtividade relativamente alta e tração de linha em fusão baixa. Opcionalmente, uma taxa mais alta de cristalização também pode ser encorajada em determinados modos de realização através da adição de um agente de nucleação à fusão. Em adição, resfriar bruscamente os filamentos de polímero formados em um banho líquido pode promover a formação de cristais de cadeia dobrada, que também é associada às altas razões de laminação dos materiais de alto módulo, alta tenacidade.

Como descrito, os filamentos individuais 9 podem ser extrusados de acordo com o processo revelado a tração de linha em fusão relativamente baixa. Desse modo, o rolo de recolha 18 pode geralmente ser ajustado a uma velocidade menor do que cerca de 25 metros por minuto (m/min). Em um modo de realização, o rolo de recolha 18 pode ser ajustado a uma velocidade entre cerca de 1m/min e cerca de 20m/min.

O banho líquido 16 no qual os filamentos 9 podem ser resfriados bruscamente podem ser um líquido no qual o polímero é insolúvel. Por exemplo, o líquido pode ser água, etileno glicol, ou qualquer outro líquido adequado como geralmente conhecido na técnica. Em um modo de realização, a fim de encorajar adicionalmente a formação dos cristais de cadeia dobrada nos filamentos 9, o banho 16 pode ser aquecido. Por exemplo, o banho pode ser aquecido a uma temperatura próxima à temperatura máxima de cristalização (T_c) do polímero. Por exemplo, o banho pode ser aquecido a uma temperatura entre cerca de 50°C e cerca de 130°C.

Geralmente, a fim de encorajar a formação dos filamentos com dimensões em seção transversal substancialmente constantes ao longo do comprimento de filamento, pode ser evitada a agitação excessiva do banho 16 durante o processo.

Em um modo de realização, o resfriamento brusco do polímero pode começar assim que possível seguindo a saída da fiandeira, a fim de encorajar a cristalização do polímero enquanto no estado relaxado, altamente desorientado, seguindo imediatamente a extrusão. Por exemplo, em um modo de realização, a superfície do banho 16 pode ficar localizada a uma distância mínima da fiandeira 14. Por exemplo, no modo de realização ilustrado na Fig. 2, a superfície do banho 16 pode ficar a uma distância da fiandeira 14 de modo que um filamento 9 extrusado possa entrar no banho 16 dentro da distância da dilatação de matriz 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. Por exemplo, um manto aquecido pode ser utilizado naqueles modos de realização em que a distância entre o orifício e a superfície de banho for maior do que a dilatação de matriz. Em um modo de realização, a distância entre a fiandeira e o banho pode ser menor do que 5,08cm. Em um outro modo de realização, essa distância pode ser menor do que 2,54cm.

O rolo 18 e o rolo 20 de recolha podem ficar dentro do banho 16 e transportar os filamentos 9 individuais e o feixe de fibras 28 através do banho 16. O tempo de permanência do material no banho 16 pode variar, dependendo dos materiais particulares incluídos no material polimérico, velocidade de linha particular etc. Em geral, os filamentos 9 e o feixe de fibras 28 formado subsequenteiramente podem ser transportados através do banho 16 com um tempo de permanência longo o suficiente para assegurar o completo resfriamento brusco, ou seja, cristalização, do material polimérico. Por exemplo, em um modo de realização, o tempo de permanência do material no banho 16 pode estar entre cerca de 6 segundos e cerca de 1 minuto.

Na, ou próximo à localização em que o feixe de fibras 28 sai do banho 16, o excesso de líquido pode ser removido do feixe de fibras 28. Essa etapa pode ser geralmente concluída de acordo com qualquer processo conhecido na técnica. Por exemplo, no modo de realização ilustrado na Fig. 1, o feixe de fibras 28 pode passar através de uma série de espaçamentos entre rolos 23, 24, 25, 26 para remover o excesso de líquido do feixe de fibras. Outros métodos podem ser utilizados alternativamente, entretanto. Por exemplo, em outros modos de realização, o excesso de líquido pode ser removido do feixe de fibras 28 através da utilização de um vácuo, de um processo de prensa utilizando um rodo, uma ou mais lâminas, e o equivalente.

Em um modo de realização, um lubrificante pode ser aplicado ao feixe de fibra 28. Por exemplo, um acabamento de fiação pode ser aplicado

a uma câmara de aplicador de acabamento de fiação 22, como é geralmente conhecida na técnica. Em geral, um lubrificante pode ser aplicado ao feixe de fibras 28 em um baixo conteúdo de água. Por exemplo, ... [partes ilegíveis das 4ª e 5ª linhas do parágrafo 0045]. Por exemplo, um acabamento baseado em

5 óleo adequado pode ser aplicado ao feixe de fibras 28, como o Lural PP-912, disponível pela Ghoulston Technologies, Inc. A adição de um revestimento de acabamento ou lubrificante sobre o fio pode, em alguns modos de realização da invenção, aperfeiçoar o manuseio do feixe de fibras durante o processamento subsequente e também pode reduzir o atrito e a eletricidade

10 estática formados sobre o fio. Em adição, um revestimento de acabamento sobre o fio pode aperfeiçoar o deslizamento entre filamentos individuais do fio durante um processo de laminação subsequente e pode aumentar a relação de estiramento alcançável, e, desse modo, aumentar o módulo e a tenacidade do fio multifilamentar estirado formado de acordo com o processo revelado.

15 Depois do resfriamento brusco do feixe de fibras 28 e de quaisquer etapas de processo opcionais, como a adição de um lubrificante, por exemplo, o feixe de fibras pode ser estirado enquanto se aplica calor. Por exemplo, no modo de realização ilustrado na Fig. 1, o feixe de fibras 28 pode ser estirado em um forno 43 aquecido a uma temperatura entre cerca de 80°C

20 e cerca de 170°C. Adicionalmente, nesse modo de realização, os rolos de laminação 32, 34 podem ser tanto interiores quanto exteriores ao forno 43, como é geralmente conhecido na técnica. Em um outro modo de realização, ao invés de utilizar um forno como fonte de calor, os rolos de laminação 32, 34 podem ser aquecidos de modo a estirar o fio enquanto ele é aquecido. Por

25 exemplo, os rolos de laminação podem ser aquecidos a uma temperatura entre cerca de 80°C e cerca de 170°C. Em um outro modo de realização, o fio pode ser estirado sobre uma chapa quente aquecida a uma temperatura semelhante (ou seja, entre cerca de 80°C e cerca de 170°C). Em um modo de realização, o forno, os rolos de laminação, a chapa quente, ou qualquer outra fonte

adequada de calor podem ser aquecidos a uma temperatura entre cerca de 120°C e cerca de 150°C.

De acordo com os processos revelados, o feixe de fibras multifilamentar pode ser estirado em uma primeira (ou única) laminação a um alta relação de estiramento, mais alta do que aqueles alcançáveis nos processos de formação de fio multifilamentar de poliolefina fiado em fusão. Por exemplo, o feixe de fibras 28 pode ser estirado com uma relação de estiramento (definida como a razão da velocidade do segundo ou rolo de laminação final 34 para o primeiro rolo de laminação 32) maior do que cerca de 6. Por exemplo, em um modo de realização, a relação de estiramento da primeira (ou única) laminação pode estar entre cerca de 6 e cerca de 25. Em um outro modo de realização, a relação de estiramento pode ser maior do que cerca de 10, por exemplo, maior do que cerca de 15. Adicionalmente, o fio pode ser enrolado sobre os rolos 32, 34 como é geralmente conhecido na técnica. Por exemplo, em um modo de realização, entre cerca de 5 e cerca de 15 enrolamentos do fio podem ser enrolados sobre os rolos de laminação.

Embora o modo de realização ilustrado utilize uma série de rolos de laminação para fins de estirar o fio, deve ser entendido que pode ser opcionalmente utilizado qualquer processo adequado que possa colocar uma força sobre o fio de modo a alongar o fio seguindo a etapa de resfriamento brusco. Por exemplo, qualquer aparelho mecânico incluindo espaçamento entre rolos, rolos godê, tambores de vapor, ar, vapor, ou outros jatos gasosos pode ser opcionalmente utilizado para estirar o fio.

De acordo com o modo de realização ilustrado na Fig. 1, seguindo a etapa de laminação de fio, o fio multifilamentar 30 pode ser resfriada e enrolada sobre um rolo de recolha 40. Em outros modos de realização, entretanto, o processamento adicional do fio 30 pode ser realizado. Por exemplo, em um modo de realização, o fio multifilamentar pode ser submetido a uma segunda laminação. Em geral, uma segunda etapa de

laminação pode ser realizada a uma temperatura mais alta do que a primeira laminação. Por exemplo, o elemento de aquecimento da segunda etapa de laminação pode ser aquecido a uma temperatura entre cerca de 10°C e cerca de 50°C mais alta do que o elemento de aquecimento da primeira etapa de laminação. Em adição, uma segunda laminação pode geralmente ficar a uma relação de estiramento mais baixo do que a primeira laminação. Por exemplo, uma segunda laminação pode ser realizada a uma relação de estiramento menor do que 5. Em um modo de realização, uma segunda laminação pode ser realizada a uma relação de estiramento menor do que 3. No caso de múltiplas laminações, a relação de estiramento total será o produto de cada uma das laminações individuais, desse modo, um fio estirado primeiro a uma relação de estiramento de 3, e, então, subsequente estirado a uma relação de estiramento de 2, terá sido submetido a uma relação de estiramento total de 6.

15 Opcionalmente, o fio multifilamentar estirado pode ser curado a quente. Por exemplo, o fio multifilamentar pode ser relaxado ou submetido a uma relação de estiramento muito baixo (por exemplo, uma relação de estiramento entre cerca de 0,7 e cerca de 1,3) e submetido a uma temperatura entre cerca de 130°C e cerca de 150°C por um curto período de tempo, geralmente menor do que um minuto, por exemplo, cerca de 0,5 segundo. Essa temperatura pode geralmente ser mais alta do que a(s) temperatura(s) de laminação. Essa etapa de cura a quente pode servir para “travar” na estrutura cristalina do fio seguindo a laminação. Em adição, ela pode reduzir a contração por calor, o que pode ser desejado em alguns modos de realização.

25 Em um outro modo de realização, o fio acabado pode ser tratado na superfície para aperfeiçoar determinadas características do fio, como capacidade de umedecimento ou adesão, por exemplo. Por exemplo, o fio pode ser fibrilado, submetido a tratamentos de plasma ou coroa, ou pode incluir um dimensionamento de fio de superfície adicionada, todos os quais

são geralmente conhecidos na técnica, para aperfeiçoar as características físicas dos fios. Beneficamente, os fios multifilamentares da invenção podem ter uma área de superfície alta disponível para os tratamentos de superfície, e, desse modo, podem exibir características grandemente aperfeiçoadas, como adesão, quando comparados, por exemplo, a fibras de monofilamento formadas de materiais semelhantes.

Em geral, o fio multifilamentar acabado pode ser enrolado sobre um carretel de bobina ou recolha, como mostrado, e transportado para uma segunda localização para a formação de um produto secundário. Em um modo de realização alternativo, entretanto, o fio multifilamentar pode ser alimentado para uma segunda linha de processamento, onde o fio pode ser processado adicionalmente para formar um produto secundário, como um pano tecido, por exemplo.

O fio multifilamentar de poliolefina da presente invenção pode geralmente ter um tamanho estirado entre cerca de 0,5 denier por filamento e cerca de 100 denier por filamento. Beneficamente, o fio multifilamentar revelado pode ter uma alta tenacidade e módulo, como medido no ASTM D2256-02, que é incorporado aqui pela referência, e quando comparado a outro fio de poliolefina multifilamentar anteriormente conhecido. Por exemplo, o fio multifilamentar revelado pode ter uma tenacidade maior do que cerca de 5 gramas/denier. Em um modo de realização, o fio multifilamentar pode ter uma tenacidade maior do que cerca de 7 gramas/denier. Em adição, o fio multifilamentar da presente invenção pode ter um módulo alto, por exemplo, maior do que cerca de 100 gramas/denier. Em um modo de realização, o fio revelado pode ter um módulo maior do que cerca de 125 gramas/denier, por exemplo, maior do que cerca de 150 gramas/denier, ou maior do que cerca de 200 gramas/denier.

Em adição, o fio revelado pode exibir características de alongamento relativamente baixas. Por exemplo, o fio multifilamentar da

presente invenção pode exibir uma percentagem de alongamento menor do que cerca de 15%, como medido no ASTM D2256-02. Em um outro modo de realização, o fio pode exibir menos de cerca de 10% de alongamento, por exemplo, menos de cerca de 8% de alongamento.

5 Os fios multifilamentares da invenção também são acreditados possuir uma estrutura cristalina exclusiva quando comparados a outros, fios multifilamentares de poliolefina anteriormente conhecidos. Há diversos meio amplamente aceitos pelos quais medir a orientação molecular nos sistemas de polímero orientados, entre eles dispersão da luz ou raios-X, medidas de
10 absorção, análise de propriedade mecânica, e o equivalente. Métodos quantitativos incluem a dispersão de raio-X de grande angularidade (WAXS), e dispersão de raio-X de pouca angularidade (SAXS).

Através da utilização das técnicas de WAXS e SAXS, os fios multifilamentares podem ser mostrados para serem altamente cristalinos,
15 altamente orientados, com pouca ou nenhuma estrutura lamelar. Em particular, os filamentos dos fios podem possuir mais do que cerca de 80% de cristalinidade de acordo com as técnicas de medição de WAXS descritas abaixo. Por exemplo, a Fig. 3 ilustra o padrão de dispersão de WAXS de um único filamento puxado a partir de um fio multifilamentar formado de acordo
20 com o processo presentemente revelado. Em particular, o fio (listado como amostra Q na seção de Exemplo, abaixo) foi extrusado através de uma fiandeira com oito orifícios de 0,3048mm de diâmetro cada, resfriado bruscamente em um banho de água a 73°C, e estirado a uma relação de estiramento de 16,2. O fio estirado tinha um denier final de 406 gramas/9000
25 m. Como pode ser visto com referência à Figura, onde 0ϕ é paralelo ao fio, a região amorfa dos fios revelados pode ser 2θ de 10 a 30 e ϕ de 60 ma 90 (a região escura próxima ao fundo da Fig. 3), e a região cristalina pode ser 2θ de 10 a 30 e ϕ de -15 a 15 (incluindo manchas brilhantes sobre os lados da Fig. 3). Desse modo, integrando-se a intensidade de dispersão de raio-x nas

regiões cristalina e amorfa, a cristalinidade do filamento pode ser obtida como

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

onde: I_X é a intensidade na região cristalina e

I_A é a intensidade na região amorfa.

Em adição, os fios de poliolefina da invenção podem ser
5 altamente orientados, como mostrado pela seta larga dos picos de WAXS na Fig. 3.

A Fig. 4 é o padrão de SAXS do filamento mostrado na Fig. 3. Surpreendentemente, nenhuma das estruturas esperadas em relação a forma cristalina, orientação e regiões amorfas aparece na Figura, e o fio parece não
10 ter verdadeiras regiões amorfas de modo algum, mas parece ser composto inteiramente de regiões cristalinas e regiões amorfas altamente orientadas.

Os padrões de SAXS ou fios multifilamentares formados de acordo com os métodos conhecidos anteriormente geralmente incluem regiões cristalinas e amorfas alternativas, como ilustrado pelas manchas brilhantes da
15 intensidade de dispersão no eixo de fio. (Ver, por exemplo, Polypropylene Fibers – Science and Technology, M. Ahmed, Elsevier Scientific Publishing Company, 1982, páginas 192-203, que é incorporado aqui pela referência). As posições dessas manchas podem ser utilizadas para obter o espaçamento de período longo entre regiões cristalinas que se repetem. A ausência dessas
20 manchas na Fig. 4 indica que quaisquer regiões amorfas no fio da invenção da Fig. 4 têm densidade de elétron quase idêntica às regiões cristalinas, e são, desse modo, compostas de cadeias amorfas densas altamente orientadas, ou estão completamente ausentes. Quando combinadas com o padrão WAXS da Fig. 3, que indica que a intensidade amorfa é de pelo menos 15%, pode ser
25 assumido que as regiões amorfas do filamento ilustrado consistem mais provavelmente de cadeias altamente orientadas.

Em adição, a dispersão equatorial nos padrões de SAXS em geral se origina do centro normal ao eixo de fibra e se projeta em uma longa

listra fina afastando-se do centro em cada direção. Nos fios da invenção, e com referência adicional à Fig. 4, essas listras de dispersão equatorial se amplificaram grandemente, ao ponto que elas são mais apropriadamente descritas como “asas”. Essa dispersão equatorial se origina da fibrilação dos segmentos cristalinos para montagens semelhantes a agulha mais claramente definidas. Uma listra equatorial longa se origina a partir de uma alta concentração de estruturas cilíndricas tipo espeto no fio com a lamela organizada entre ou ao redor dos espetos, como “pedaços de carne”. Essas listras geralmente aparecem em situações de laminação mais alta, como aquelas da presente invenção.

Como também pode ser visto na Fig. 4, os filamentos que formam os fios da presente invenção sob condições de alta laminação podem descrever uma reflexão meridional quase ausente e uma dispersão equatorial que forte, de modo que a índice de dispersão da intensidade de dispersão equatorial para meridional seja alto, mas permaneça o forte contraste de densidade, como indicado pela intensidade geral.

Em geral, os filamentos que formam os fios multifilamentares da presente invenção podem ter características SAXS incluindo uma relação de intensidade equatorial com intensidade meridional maior do que cerca de 1,0. Em um modo de realização, esta relação pode ser maior do que cerca de 3,0. Os filamentos que formam os fios descritos podem apresentar, em geral, uma intensidade equatorial integrada de 2θ entre cerca de 0,4 a cerca de 1,0 e ϕ entre cerca de 60 e cerca de 120 e de cerca de 240 a cerca de 300 (zero ϕ sendo paralelo ao fio, ou vertical com referência à Fig. 4). Em adição, os fios podem apresentar uma intensidade meridional integrada de 2θ 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 de poliolefina multifilamentares podem ser benéficamente utilizados em muitas aplicações. Por exemplo, a alta resistência e alta

tenacidade dos fios descritos podem provê-los de excelentes qualidades para utilização em qualquer aplicação adequada para fios de poliolefina multifilamentares previamente conhecidos. Por exemplo, em certos modos de realização, os fios descritos podem ser benéficamente utilizados como material de reforço em uma matriz. Por exemplo, em um modo de realização, em seguida à formação do fio estirado multifilamentar de acordo com os processos descritos, o fio pode ser ainda processado de modo a ser adequado para uso como material de reforço em uma matriz. Por exemplo, os fios multifilamentares da presente invenção podem ser cortados, fibrilados, achatados ou deformados de outro modo conforme geralmente conhecido na técnica. Quando os fios multifilamentares são processados para formar os materiais de reforço descritos, os fios multifilamentares não podem ser só encurtados, deformados, abradados etc., mas, em adição, os fios multifilamentares podem se tornar separados um do outro na formação dos materiais de reforço descritos.

Conseqüentemente, em um modo de realização, a presente invenção refere-se a materiais de reforço formados dos fios descritos. Em particular, os materiais de reforço da presente invenção podem incluir fios cortados, retalhados e/ou degradados como aqui descrito. Em geral, os materiais de reforço podem incluir comprimentos relativamente curtos dispositivo fios multifilamentares e/ou filamentos individuais que tenham sido retalhados dos fios multifilamentares formados. Por exemplo, os materiais de reforço da presente invenção podem, geralmente, ser menores do que cerca de 12,7cm em comprimento. Em um modo de realização, os materiais de reforço podem ser menores do que cerca de 7,62cm em comprimento, por exemplo, menor do que cerca de 2,54cm em comprimento.

Durante uso, os materiais de reforço da presente invenção podem ser combinados com um material de matriz como adesivos, asfalto, plásticos, borracha, ou composições de cimento hidratáveis incluindo mistura

pronta ou concreto pré-fabricado, concreto de alvenaria, jato de concreto, concreto betuminoso, composições de gesso, composições à prova de fogo baseadas em cimento etc.

Em um modo de realização da presente invenção, os fios
5 descritos podem ser ainda processados, caso necessário e utilizados na formação de produtos secundários incluindo aqueles produtos que no passado foram formados com fios de poliolefina multifilamentares previamente conhecidos. Por exemplo, os fios descritos podem ser utilizados na formação de cordas e panos tecidos ou não-tecidos, como
10 podem ser encontrados em correias ou mangueiras de máquinas, panos para telhado, geotêxteis etc. Em particular, os fios multifilamentares revelados podem ser adequados para uso na formação de um produto secundário de acordo com qualquer técnica conhecida que tenha sido usada no passado com fios multifilamentares de poliolefina previamente
15 conhecidos. Devido às melhores propriedades físicas dos fios descritos, entretanto, e particularmente, o maior módulo e tenacidade dos fios descritos, os produtos secundários formados com a utilização dos fios da invenção podem prover características aperfeiçoadas, como resistência e tenacidade, em comparação a produtos similares formados de fios de
20 poliolefina multifilamentares previamente conhecidos.

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

Exemplo

Amostras de fios foram formadas em sistema similar ao
25 ilustrado na Fig. 1. Em particular, o sistema incluía um extrusor de parafuso único de 1,9cm, 24:1, com três zonas de temperatura, uma cabeça com uma bomba de fusão e fiandeira, um tanque de resfriamento líquido (101,6cm de comprimento), com dois rolos no tanque, um sistema de remoção de água a vácuo, um aplicador de acabamento de fiação, três rolos godê, um forno de

ventilação forçada (3,048m de comprimento) e um enrolador Leeson®.

5 Materiais utilizados na formação de fios incluíam Atofina® 3462, um homopolímero de polipropileno com um índice de fusão de massa em fusão de 3,7 e Atofina® 3281, um homopolímero de polipropileno com um índice de fusão de massa em fusão de 1,3 (ambos disponíveis por ATOFINA Petrochemicals, Inc. de Houston, TX), concentrado a 10% de uma composição de agente de nucleação, especificamente Millad® 3988 (3, 4-dimetil dibenzilideno sorbitol) em um homopolímero de polipropileno 12MFI (disponível por Stanridge Color Corporation, Social Circle, GA, USA) e um homopolímero de polipropileno com um índice de fusão de massa em fusão de 12 (disponível por TDL Plastics, de Houston, TX).

15 A Tabela 1, abaixo, tabula as condições de formação de 37 amostras diferentes, incluindo as combinações de materiais (incluindo o polímero usado e a percentagem de peso total do agente de nucleação na fusão), o tamanho de furo de fiandeira em polegadas, o número total de filamentos extrusados, a temperatura do banho de água de resfriamento brusco, as velocidades de rolos dos rolos de laminação, o relação de estiramento total (Rolo 3/Rolo 1), e a temperatura do forno de estirar. Em

20 adição, quando o agente de nucleação é provido em uma composição de 10% de concentrado do agente de nucleação em um homopolímero de polipropileno 12 MFI, a combinação de material dessas amostras que incluem uma quantidade de um agente de nucleação incluirá também uma quantidade do homopolímero de polipropileno 12MFI do concentrado. Por exemplo, uma

25 amostra que está listada como contendo FINA 3462/0,2% Millad conterá 0,2%, em peso, do agente de nucleação, 1,8%, em peso, do homopolímero de polipropileno 12MFI usado na formação da composição de 10% de agente de nucleação, e 98%, em peso, de FINA 3462 homopolímero de polipropileno 3,7MFI.

Tabela 1

Amostra	Material	Tam. de furo de fiandeira (polegadas)	# Fils #	Temperatur a da água °C	Rolo 1 m/min	Rolo 2 m/min	Rolo 3 m/min	DR	Forno T °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
I	Fina 3462/0.25% Millad	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	5,51	851	851	15,5	130
N	Fina 3462/0.20% Millad	0,012	5	25	5	85	85	17, 0	130
O	Fina 3462/0.20% Millad	0,012	5	55	6	85	85	14, 2	130
P	Fina 3462/0.20% Millad	0,012	5	55	6	85	85	14, 2	130
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	8	85	18, 9	140
Z	Fina 3281	0,012	8	75	4,25	8	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
HH	Fina 3281/0.2% Millad	0,012	8	75	4,75	84	85	17,9	140
II	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

Em seguida á formação, as amostras foram testadas quanto a um número de propriedades físicas, incluindo, denier, denier por filamento, alongamento, tenacidade, módulo e robustez, tudo de acordo com ASTM D2256-02, previamente incorporado pela referência. Os resultados estão mostrados abaixo na Tabela 2.

Tabela 2

Amostra	Material	Denier g/9000m	Den/fil g/9000m	Alongamento	Ten. g/d	Mod g/d	Robustez g/d
		g/9000 m	g/9000 m	%	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	
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 3281w/ 5% 12 MFI 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 de dispersão de raios-x

As amostras foram estudadas por dispersão de raios-x de pequena angularidade. Os dados SAXS foram coletados sobre um detector multifio Bruker AXS (Madison, WIs) Hi-Star colocado a uma distância de 105,45cm da amostra em um vácuo Anton-Paar. Raios-x ($\lambda = 0,154178\text{nm}$) foram gerados com um anodo rotativo MacScience (40kV, 40mA) e focalizados através de três furos de alfinete em um tamanho de 0,2mm. Todo o sistema (gerador, detector, trajeto de feixe, contentor de amostra, e

software) é comercialmente disponível como uma só unidade por Bruker AXS. O detector foi calibrado por recomendação do fabricante usando uma amostra de beenato de prata.

Uma coleta típica de dados SAXS foi conduzida como a seguir: um feixe de filamentos de polipropileno foi enfaixado ao redor de um contendor, que foi colocado no feixe de raios-x no interior de uma câmara de amostra de vácuo Anton-Paar sobre o equipamento de raios-x. A câmara de amostra e trajetória de feixe foi evacuado para menos de 100mTorr e a amostra foi exposta ao feixe de raios-x por cerca de 45min a 1 hora. Quadros de dados tridimensionais foram coletados pelo detector e desenrolados automaticamente pelo software de sistema.

Uma análise da distribuição de intensidade dispersa ($2\theta=0,2^\circ - 2,5^\circ$) nas direções equatorial ou meridional foi calculada de quadros de dados brutos pela divisão da dispersão em 2 regiões: uma região de dispersão equatorial, integrada de 2θ entre cerca de 0,4 a cerca 1,0 e ϕ entre 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 Fig. 4), e a região de dispersão meridional, integrada de 2θ entre cerca de 0,4 e cerca de 1,0 e ϕ entre 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 razão calculada e tabulada para cada amostra na Tabela 3, abaixo.

Tabela 3

Amostra	Material	Contagens de dispersão meridional	Contagens de dispersão equatorial	Equatorial/Meridional
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
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 3281w/ 5% 12 MF1 PE	35826	87938	2,45
BB	Fina 3281/0.2% Millad	37907	98972	2,61
CC	Fina 3281/0.2% Millad	54109	164494	3,04
DD	Fina 3281/0.2% Millad	47656	202256	4,24
EE	Fina 3281/0.2% Millad	51026	171581	3,36
FF	Fina 3281/0.2% Millad	48872	181346	3,71
GG	Fina 3281/0.2% Millad	49382	282585	5,72
HH	Fina 3281/0.2% Millad	54467	348671	6,40
II	Fina 3281/0.2% Millad	57703	260487	4,51
JJ	Fina 3281/0.2% Millad	52353	178923	3,42
KK	Fina 3281/0.2% Millad	46881	2032811	4,34

Como pode ser visto com referência à Tabela 3, embora os materiais descritos podem, em alguns casos, dar origem a um perfil de dispersão SAXS com ambas as dispersões meridional e equatorial, a dispersão meridional é baixa em comparação com a dispersão equatorial exclusiva altamente forte dando origem a uma elevada razão de dispersão equatorial/dispersão meridional. No mínimo, a presença de asa de dispersão intensas na direção equatorial provê as desejadas estruturas cristalinas que transmitem as propriedades de alta tenacidade e alto módulo encontradas nos fios multifilamentares.

Deve ser apreciado que os exemplos acima, dados coma finalidade de ilustração, não devem ser considerados como limitativos do escopo desta invenção. Embora apenas poucos exemplos de modos de realização desta invenção tenham sido descritos em detalhe acima, alguém experiente na técnica prontamente apreciará que muitas modificações são possíveis nos exemplos de modos de realização sem se afastar materialmente dos ensinamentos inéditos e vantagens desta invenção. Conseqüentemente, deve ser reconhecido que muitos modos de realização podem ser concebidos

que não atingem todas as vantagens de alguns modos de realização, ou ainda a ausência de uma vantagem particular não deve ser considerada necessariamente significando que tal modo de realização está fora do escopo da presente invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. Método de formação de uma composição polimérica derretida caracterizado por:

compreender as etapas de:

- 5 extrusão da composição polimérica fundida tendo pelo menos uma poliolefina através de múltiplos orifícios para formar vários filamentos da composição polimérica; resfriamento dos filamentos em um banho de líquido; recolhimento dos filamentos para formar um feixe de
- 10 fibras multifilamento; e estiramento do feixe de fibras multifilamento com uma relação de estiramento maior do que 6 para formar um fio multifilamento estirado, em que o feixe de fibras multifilamento é estirado, enquanto aquecido, a fonte de
- 15 calor estando a uma temperatura de entre 80°C e 170°C e, pelo menos, um dos os filamentos possui uma cristalinidade maior que 80% de acordo com as técnicas de medição WAXS.

2. Método da reivindicação 1, caracterizado por:

- 20 a poliolefina ser um copolímero.

3. Método da reivindicação 1, caracterizado por:

a composição polimérica compreender, pelo menos, duas poliolefinas.

4. Método da reivindicação 1, caracterizado por:

- 25 a poliolefina ser um polipropileno.

5. Método da reivindicação 4, caracterizado por:

o polipropileno ter um índice de fluxo de fusão de entre 0,2 e 50.

6. Método da reivindicação 1, caracterizado por:

- 30 a composição polimérica compreender adicionalmente um agente de nucleação.

7. Método da reivindicação 6, caracterizado por:

o agente de nucleação ser um agente de nucleação dibenzilideno sorbitol.

8. Método da reivindicação 6, caracterizado por:

5 o agente de nucleação estar presente na composição polimérica numa quantidade menor do que 1% em peso da composição.

9. Método da reivindicação 1, caracterizado por:

10 cada um dos orifícios definir uma secção transversal máxima de entre 0,00508 cm e 0,127 cm.

10. Método da reivindicação 1, caracterizado por:

a extensão de filamentos serem extrusados a uma taxa de entre 1 metro por minuto e 25 metros por minuto.

11. Método da reivindicação 1, caracterizado por:

15 o aquecimento do líquido do banho.

12. Método da reivindicação 11, caracterizado por:

o aquecimento do líquido do banho ser a uma temperatura de entre 50°C e 130°C.

13. Método da reivindicação 1, caracterizado por:

20 cada um dos filamentos extrusados descrever um intumescimento de matriz adjacente ao orifício, com a superfície do banho líquido estando dentro da distância do intumescimento de matriz.

14. Método da reivindicação 1, caracterizado por:

25 ocorrer a passagem dos filamentos através de uma proteção de gás anterior ao resfriamento brusco dos filamentos no banho de líquido.

15. Método da reivindicação 1, caracterizado por:

30 ocorrer a aplicação de um lubrificante para o feixe de fibras.

16. Método da reivindicação 1, caracterizado por:

o feixe de fibras ser estirado num forno aquecido a uma temperatura entre 80°C e 170°C.

17. Método da reivindicação 1, caracterizado por:
o feixe de fibras ser estirado utilizando rolos de
5 estiramento aquecidos a uma temperatura entre 80°C e 170°C.

18. Método da reivindicação 1, caracterizado por:
a razão de estiramento ser entre 6 e 25.

19. Método da reivindicação 1, caracterizado por:
10 a razão de estiramento ser maior do que 10.

20. Método da reivindicação 1, caracterizado por:
o estiramento do fio multifilamento estirado uma segunda
vez e a segunda taxa de estiramento ser menor do que a
primeira relação de estiramento.

15 21. Método da reivindicação 1, caracterizado por:
a cura a quente do fio multifilamento estirado.

22. Método da reivindicação 1, caracterizado por:
a relação entre a dimensão máxima da seção transversal
de um único orifício para a dimensão máxima da seção
20 transversal do filamento único estirado extrudido a
partir desse orifício estar entre 1 e 10.

23. Método da reivindicação 1, caracterizado por:
a relação entre a dimensão máxima da seção transversal
de um único orifício para a dimensão máxima da seção
25 transversal do filamento único estirado extrudido a
partir desse orifício ser entre 3 e 8.

24. Método da reivindicação 1, caracterizado por:
cortar o fio multifilamento estirado em comprimentos
inferiores a 12,7 cm para formar um material de reforço
30 de um material de matriz.

25. Método da reivindicação 24, caracterizado por:

a deformação, o desgaste por abrasão, ou rasgo do fio multifilamento estirado.

26. Método da reivindicação 24, caracterizado por:
o material da matriz ser selecionado a partir do grupo
que consiste em: adesivos, asfalto, plásticos, borracha,
e as composições de cimento hidratáveis.

27. Método da reivindicação 1, caracterizado por:
a formação de um produto secundário que compreende o fio multifilamento estirado, o produto secundário sendo
selecionado a partir do grupo que consiste em: uma
corda, um tecido e um tecido não urdido.

28. Método de formação de um fio multifilamentar a
partir da formação de uma composição polimérica
derretida, de acordo com a reivindicação 1, que
compreende um polipropileno com um índice de fluxo de
fusão entre 2 e 50, caracterizado por:

compreender as etapas de :

extrusão da composição polimérica derretida através de
múltiplos orifícios, a uma taxa entre 1 metro por minuto
e 25 metros por minuto para formar múltiplos filamentos
da composição polimérica;

resfriamento brusco dos filamentos em um banho de
líquido;

recolhimento dos filamentos para formar um feixe de
fibras multifilamento;

aplicação de um lubrificante para o feixe de fibras; e
estiramento do feixe de fibras multifilamento com uma
relação de estiramento maior do que 6 para formar um
fio multifilamento estirado, onde o feixe de fibras
multifilamento é estirado, enquanto aquecido, estando a
fonte de calor a uma temperatura de entre 80°C e 170°C

e cada um dos filamentos ter denier menor do que 300 gramas / 9000 metros e pelo menos um filamento ter uma razão entre a intensidade equatorial e a intensidade meridional maior do que 1,0 de acordo com as técnicas de medição de SAXS.

29. Método da reivindicação 28, caracterizado por: cada um dos orifícios definir uma seção transversal máxima entre 0,00508 cm e 0,127 cm.

30. Método da reivindicação 28, caracterizado por: ocorrer o aquecimento do banho de líquido.

31. Método da reivindicação 28, caracterizado por: o aquecimento do banho de líquido ser aquecido a uma temperatura entre 50°C e 130°C.

32. Método da reivindicação 28, caracterizado por: o feixe de fibras ser estirado num forno aquecido a uma temperatura entre 80°C e 170°C.

33. Método da reivindicação 28, caracterizado por: o feixe de fibras ser estirado utilizando rolos de estiramento aquecidos a uma temperatura entre 80°C e 170°C.

34. Método da reivindicação 28, caracterizado por: compreender os adicionais de composição polimérica que incluem um agente de nucleação.

35. Método da reivindicação 34, caracterizado por: a composição polimérica incluir um agente de nucleação em uma quantidade inferior a 1% em peso da composição.

36. Método da reivindicação 34, caracterizado por: o agente de nucleação ser um agente de nucleação dibenzilideno sorbitol.

37. Método da reivindicação 28, caracterizado por: a relação entre a dimensão máxima da seção transversal

de um único orifício para a dimensão máxima da seção transversal do filamento estirado extrudida a partir desse orifício estar entre 1 e 10.

38. Método da reivindicação 28, caracterizado por:

5 a relação entre a dimensão máxima da seção transversal de um único orifício para a dimensão máxima da seção transversal do filamento estirado extrudido a partir desse orifício ser entre 3 e 8.

39. Fio multifilamentar produzido pelo método da
10 reivindicação 28, compreendendo pelo menos três filamentos, cada filamento compreendendo uma poliolefina, caracterizado por:

ter um denier inferior a 300 gramas / 9000 metros, o fio multifilamento de ter sido estirada a uma proporção
15 de estiramento de mais do que 6 e possuindo um módulo maior do que 40 gramas / denier, e pelo menos um dos filamentos ter uma razão entre a intensidade equatorial e a intensidade meridional maior do que 1,0 de acordo com as técnicas de medição de SAXS.

40. Fio multifilamentar, de acordo com a
20 reivindicação 39, caracterizado por:

o fio ter uma tenacidade maior do que 5 gramas / denier.

41. Fio multifilamentar, de acordo com a
25 reivindicação 39, caracterizado por:

cada um dos filamentos ter um denier entre 0,5 grama / 9000 metros e 100 gramas / 9000 metros.

42. Fio multifilamentar de acordo com a reivindicação
39, caracterizado por:

30 a poliolefina ser um polipropileno.

43. Fio multifilamentar, de acordo com a reivindicação 39, caracterizado por:
o fio ter um módulo maior do que 100 gramas / denier.
- 5 44. Fio multifilamentar, de acordo com a reivindicação 39, caracterizado por:
o fio ter um módulo maior do que 150 gramas / denier.
45. Fio multifilamentar, de acordo com a reivindicação 39, caracterizado por:
o fio ter uma tenacidade superior a 7 gramas / denier.
- 10 46. Fio multifilamentar, de acordo com a reivindicação 39, caracterizado por:
os fios exibirem um alongamento inferior a 10%.
47. Fio multifilamentar, de acordo com a reivindicação 39, caracterizado por:
15 pelo menos, um dos filamentos possuir cristalinidade superior a 80% de acordo com técnicas de medição WAXS.
48. Fio multifilamentar, de acordo com a reivindicação 39, caracterizado por:
20 pelo menos, um dos filamentos ter uma razão entre a intensidade equatorial e a intensidade meridional maior do que 3,0 de acordo com as técnicas de medição de SAXS.
49. Fio multifilamentar, de acordo com a reivindicação 39, caracterizado por:
25 incluir um agente de nucleação.
50. Fio multifilamentar, de acordo com a reivindicação 49, caracterizado por:
o agente de nucleação ser um agente de nucleação dibenzilideno sorbitol.
- 30 51. Fio multifilamentar, de acordo com a reivindicação 39, caracterizado por:

o fio ser contido dentro de um produto secundário selecionado a partir do grupo que consiste de uma corda, um tecido, e um não tecido.

52. Material de reforço caracterizado por:

- 5 um fio, como definido na reivindicação 39, de um comprimento de menos de 12,7 cm compreender, pelo menos, três filamentos, cada filamento compreendendo uma poliolefina, e tendo um denier inferior a 300 gramas / 9000 metros, o fio tendo sido estirado a uma razão superior a 6 e tendo um módulo maior do que 40 gramas / denier, em que o material de reforço para o reforço de um material de matriz e, pelo menos, um dos filamentos que possuem uma cristalinidade maior que 80% de acordo com técnicas de medição WAXS.

- 15 53. Material de reforço de acordo com a reivindicação 52, caracterizado por:

o fio ser degradado.

54. Fio multifilamentar de acordo com a reivindicação 52, caracterizado por:

- 20 o fio ser deformado.

55. Fio multifilamentar de acordo com a reivindicação 52, caracterizado por:

o fio ser menor do que 7,62 cm de comprimento.

56. Fio multifilamentar de acordo com a reivindicação

- 25 52, caracterizado por:

o fio ser menor do que 2,54 cm de comprimento.

57. Fio multifilamentar de acordo com a reivindicação 52, caracterizado por:

- 30 material de reforço ser usado para reforçar uma composição de cimento hidratável.

58. Fio multifilamentar de acordo com a reivindicação 52, caracterizado por:
o fio ter uma tenacidade maior do que 5 gramas
denier.
- 5 59. Fio multifilamentar de acordo com a reivindicação 52, caracterizado por:
a poliolefina ser um polipropileno.
60. Fio multifilamentar de acordo com a reivindicação 52, caracterizado por:
10 o fio ter um módulo maior do que 100 gramas / denier.

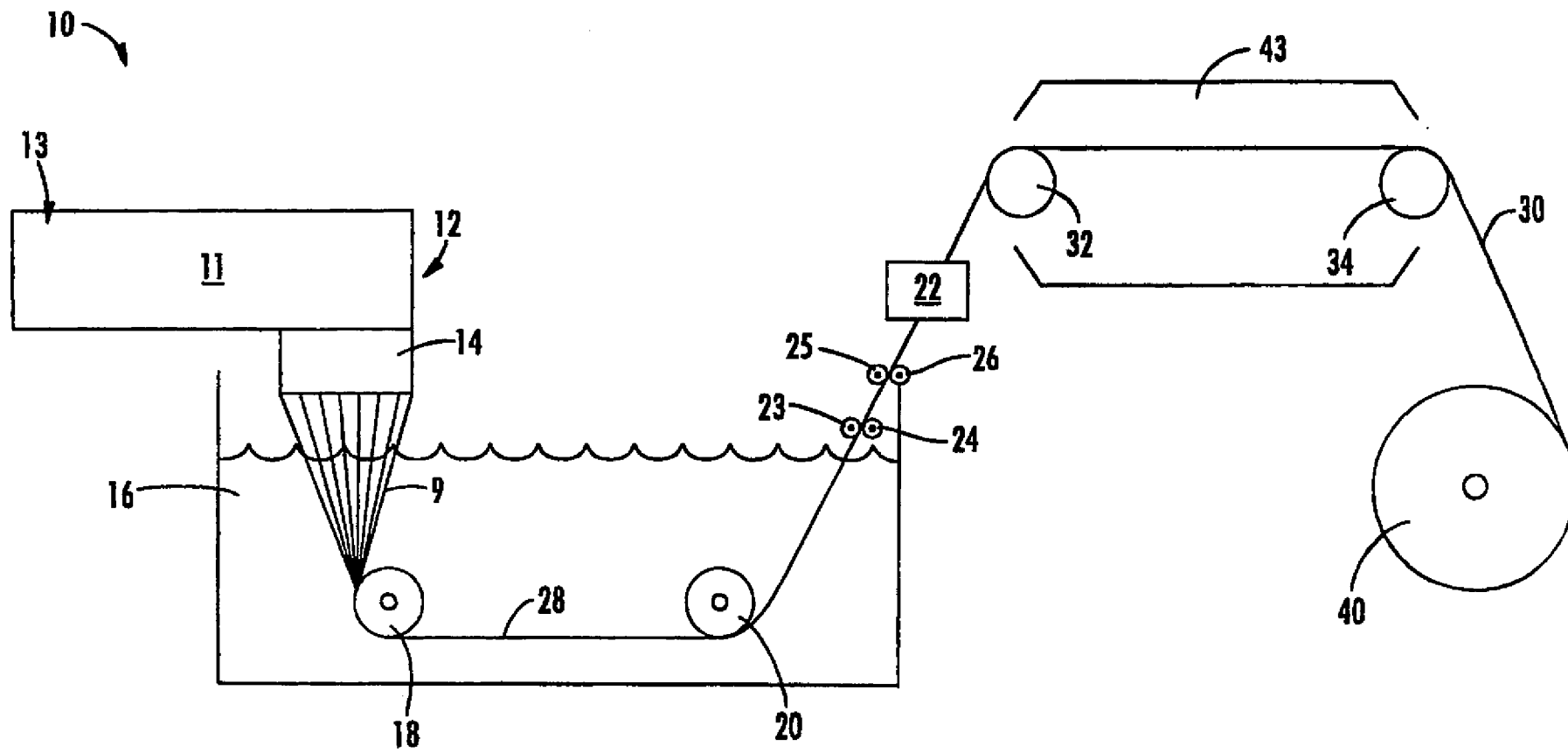
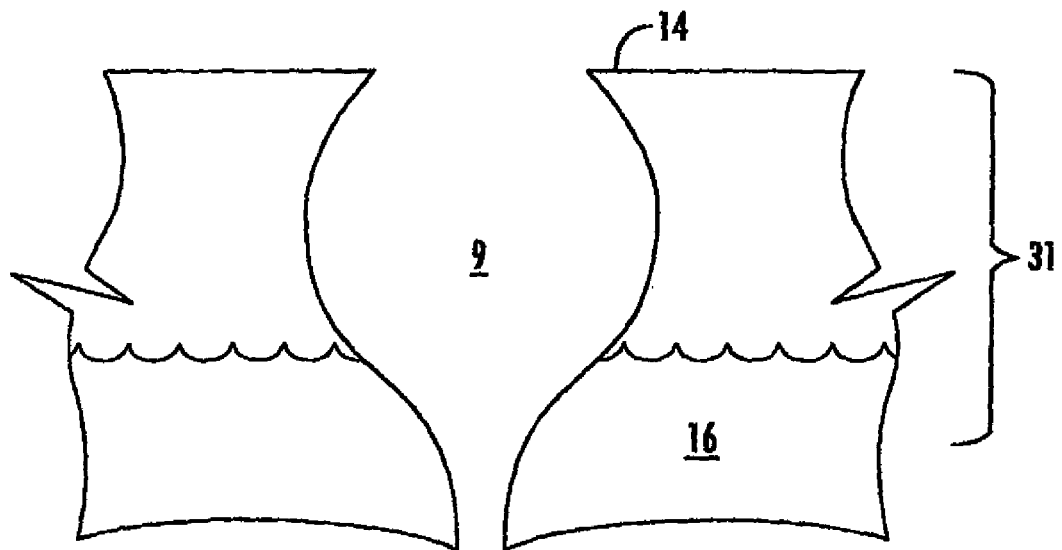


FIG. 1

**FIG. 2**

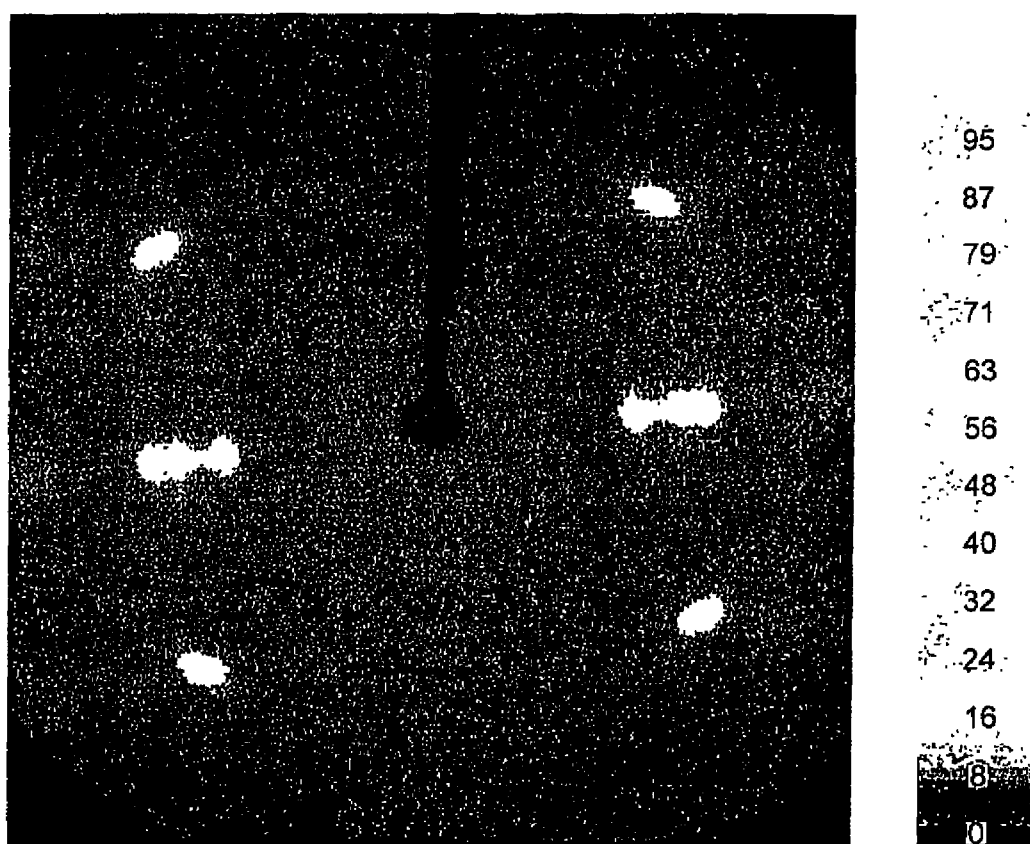


FIG. 3

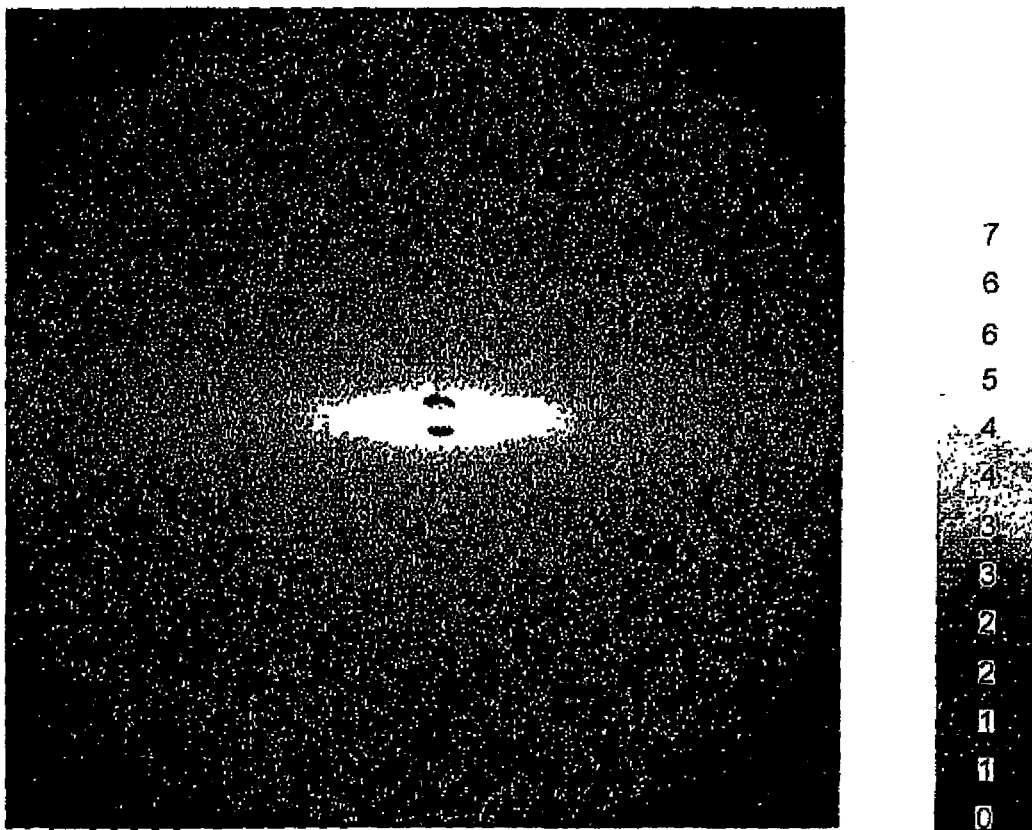


FIG. 4